

Sveučilište u Zagrebu
Fakultet strojarstva i brodogradnje

**Utjecaj hrapavosti površine na Knoopovu
tvrdoću Al_2O_3 keramike**
DIPLOMSKI RAD

Vinko Banožić

Zagreb, 2011.

Sveučilište u Zagrebu
Fakultet strojarstva i brodogradnje

**Utjecaj hrapavosti površine na Knoopovu
tvrdoću Al_2O_3 keramike**

DIPLOMSKI RAD

Voditelj rada:

Doc.dr.sc. Danko Ćorić

Vinko Banožić

Zagreb, 2011.

Sažetak

Površinska hrapavost je sveukupnost mikrogeometrijskih nepravilnosti na površini predmeta (koje su mnogo puta manje od površine cijelog predmeta), a uzrokovane su postupkom obrade ili nekim drugim utjecajima. U ovom radu analiziran je utjecaj hrapavosti površine na vrijednosti izmjerene tvrdoće aluminijske oksidne keramike (Al_2O_3). Pri određivanju tvrdoće korištena su opterećenja 49,03 N (HK 5), 4,903 N (HK 0,5) i 0,4903 N (HK 0,05). Tvrdoća je mjerena za četiri različita stanja hrapavosti površine. Uzorci su brušeni brusnim papirima različite kvalitete odnosno polirani dijamantnim pastama različite veličine abraziva. Dobiveni rezultati mjerenja statistički su obrađeni i analizirani te su na osnovi njih doneseni određeni zaključci o načinu keramografske pripreme keramičkih uzoraka u svrhu mjerenja tvrdoće.

SADRŽAJ:

POPIS SLIKA

POPIS TABLICA

POPIS OZNAKA

1.	Uvod	11
1.1	Povijest keramike	11
1.2	Proizvodnja tehničke keramike	14
1.3	Podjela tehničke keramike	18
2.	Aluminijeva oksidna keramika	21
3.	Tvrdoća	25
3.1	Podjela tvrdoće	25
3.2	Matematički modeli	26
3.3	Vickersova metoda	29
3.4	Knoopova metoda	33
3.5	Problemi kod mjerenja tvrdoće	37
3.5.1	Mjeritelj	39
3.5.2	Okolina	39
3.5.3	Priprema uzorka	39
4.	Hrapavost tehničkih površina	40
5.	Keramografija	44
6.	Eksperimentalni dio	46
6.1	Uvod	46
6.2	Plan eksperimenta	46
6.3	Priprema uzorka	47
6.3.1	Brušenje	48
6.3.2	Poliranje	50
6.4	Ispitivanje hrapavosti	52
6.4.1	Rezultati mjerenja hrapavosti	54
6.5	Mjerenje tvrdoće	63
6.5.1	Ispitni uzorak	63
6.5.2	Mjerni uređaj	63
6.5.3	Rezultati mjerenja	67
7.	Analiza dobivenih rezultata	76
8.	Zaključak	84
9.	LITERATURA:	85

POPIS SLIKA:

<i>Slika 1. Počeci pečenja keramike.....</i>	<i>12</i>
<i>Slika 2. Lončarije iz stare Grčke.....</i>	<i>12</i>
<i>Slika 3. Utjecaj na svojstva keramike</i>	<i>15</i>
<i>Slika 4. Postupci oblikovanja keramike</i>	<i>16</i>
<i>Slika 5. Sinteriranje praha: a) spajanje dvaju zrnaca, b) smanjenje poroznosti.....</i>	<i>17</i>
<i>Slika 6. Mikrostruktura aluminijske oksida (99,7% kristala).....</i>	<i>22</i>
<i>Slika 7. Al₂O₃ kuglični ležaj</i>	<i>23</i>
<i>Slika 8. Zubna navlaka a) prije sinteriranja b) nakon sinteriranja</i>	<i>23</i>
<i>Slika 9. Keramički kuk (lijevo) i pravi kuk (desno)</i>	<i>24</i>
<i>Slika 10. Izgled otisaka pri mjerenju mikrotvrdoće</i>	<i>26</i>
<i>Slika 11. Utjecaj opterećenja na tvrdoću.....</i>	<i>27</i>
<i>Slika 12. Prikaz izbora kuta od 136°</i>	<i>29</i>
<i>Slika 13. Utiskivanje Vickersovog indentora i izgled otiska</i>	<i>30</i>
<i>Slika 14. Geometrija Vickersove piramide i mogući oblici otisaka nakon rasterećenja</i>	<i>30</i>
<i>Slika 15. Geometrija Knoopove piramide i izgled otiska.....</i>	<i>34</i>
<i>Slika 16. Otisak kod Knoopove metode.....</i>	<i>34</i>
<i>Slika 17. Ponovljivost rezultata</i>	<i>37</i>
<i>Slika 18. Obnovljivost rezultata</i>	<i>38</i>
<i>Slika 19. Neparalelnost i valovitost površine.....</i>	<i>40</i>
<i>Slika 20. Izbrazdenost i hrapavost površine</i>	<i>40</i>
<i>Slika 21. Rezultati svih vrsta deformacija.....</i>	<i>40</i>
<i>Slika 22. Prostorni prikaz deformirane površine.....</i>	<i>41</i>
<i>Slika 23. Površinska hrapavost</i>	<i>41</i>
<i>Slika 24. Određivanje maksimalne visine profila Rz</i>	<i>42</i>
<i>Slika 25. Odrađivanje srednje linije hrapavosti oblika</i>	<i>42</i>
<i>Slika 26. Određivanje srednjeg aritmetičkog odstupanja Ra</i>	<i>43</i>
<i>Slika 27. Određivanje kontaktne površine Mr</i>	<i>43</i>
<i>Slika 28. Dijagram toka pripreme uzorka za keramografiju</i>	<i>45</i>
<i>Slika 29. Zaliveni keramički uzorak.....</i>	<i>48</i>
<i>Slika 30. DAP – W STERUERS.....</i>	<i>48</i>
<i>Slika 31. Površina nakon brušenja brusnim papirom zrnatosti 1200.....</i>	<i>50</i>
<i>Slika 32. Površina nakon brušenja brusnim papirom zrnatosti 4000.....</i>	<i>50</i>
<i>Slika 33. Površina nakon poliranja dijamantnom pastom veličine abraziva 15 μm.....</i>	<i>52</i>
<i>Slika 34. Površina nakon poliranja dijamantnom pastom veličine abraziva 1 μm.....</i>	<i>52</i>

<i>Slika 35. Uređaj za mjerenje hrapavosti površine</i>	<i>54</i>
<i>Slika 36. 2D prikaz rezultata mjerenja hrapavosti površine brušene SiC papirom zrnatosti 1200.....</i>	<i>55</i>
<i>Slika 37. 3D prikaz rezultata mjerenja hrapavosti površine brušene SiC papirom zrnatosti 1200.....</i>	<i>56</i>
<i>Slika 38. 2D prikaz rezultata mjerenja hrapavosti površine brušene SiC papirom zrnatosti 4000.....</i>	<i>57</i>
<i>Slika 39. 3D prikaz rezultata mjerenja hrapavosti površine brušene SiC papirom zrnatosti 4000.....</i>	<i>58</i>
<i>Slika 40. 2D prikaz rezultata mjerenja hrapavosti površine polirane dijamantnom pastom</i>	<i>59</i>
<i>Slika 41. 3D prikaz rezultata mjerenja hrapavosti površine polirane dijamantnom pastom</i>	<i>60</i>
<i>Slika 42. 2D prikaz rezultata mjerenja hrapavosti površine polirane dijamantnom pastom</i>	<i>61</i>
<i>Slika 43. 3D prikaz rezultata mjerenja hrapavosti površine polirane dijamantnom pastom</i>	<i>62</i>
<i>Slika 44. Ispitni uzorak s mjernim mjestima</i>	<i>63</i>
<i>Slika 45. Tvrdomer Zwick</i>	<i>64</i>
<i>Slika 46. Utezi za opterećivanje</i>	<i>65</i>
<i>Slika 47. Prikaz polužnog mehanizma u obliku vage.....</i>	<i>66</i>
<i>Slika 48. Otisci Knoopovog indentora na površini brušenoj SiC papirom zrnatosti 1200.....</i>	<i>69</i>
<i>Slika 49. Otisci Knoopovog indentora na površini brušenoj SiC papirom zrnatosti 4000.....</i>	<i>71</i>
<i>Slika 50. Otisci Knoopovog indentora na površini poliranoj dijamantnom pastom</i>	<i>73</i>
<i>Slika 51. Otisci Knoopovog indentora na površini poliranoj dijamantnom pastom</i>	<i>75</i>
<i>Slika 52. Dijagramski prikaz Knoopove tvrdoće na površini brušenoj SiC papirom zrnatosti 1200.....</i>	<i>76</i>
<i>Slika 53. Dijagramski prikaz Knoopove tvrdoće na površini brušenoj SiC papirom zrnatosti 4000.....</i>	<i>76</i>
<i>Slika 54. Dijagramski prikaz Knoopove tvrdoće na površini poliranoj dijamantnom pastom veličine abraziva 15 μm</i>	<i>77</i>
<i>Slika 55. Dijagramski prikaz Knoopove tvrdoće na površini poliranoj dijamantnom pastom veličine abraziva 1 μm</i>	<i>77</i>
<i>Slika 56. Ovisnost Knoopove tvrdoće o stanju obrade površine.....</i>	<i>78</i>
<i>Slika 57. Ovisnost Knoopove tvrdoće o veličini ispitnog opterećenja</i>	<i>78</i>
<i>Slika 58. Ovisnost Knoopove tvrdoće o parametru hrapavosti R_a.....</i>	<i>79</i>
<i>Slika 59. Ovisnost Knoopove tvrdoće o parametru hrapavosti R_z.....</i>	<i>79</i>
<i>Slika 60. Grafički prikaz ovisnosti $\log F$ o $\log d$ prema Meyerovom zakonu</i>	<i>80</i>
<i>Slika 61. Grafički prikaz ovisnosti F/d o d prema modelu otpornosti</i>	<i>81</i>
<i>Slika 62. Grafički prikaz ovisnosti F o d prema modificiranom modelu otpornosti razmjernom svojstvima uzorka</i>	<i>82</i>

POPIS TABLICA:

<i>Tablica 1. Razvoj keramike kroz povijest.....</i>	<i>14</i>
<i>Tablica 2. Orijentacijske vrijednosti svojstava nekih vrsta konstrukcijske keramike.....</i>	<i>22</i>
<i>Tablica 3. Vrijednosti sila opterećivanja kod Vickersove metode [14.</i>	<i>32</i>
<i>Tablica 4. Ispitne sile kod Knoopove metode</i>	<i>35</i>
<i>Tablica 5. Parametri brušenja</i>	<i>49</i>
<i>Tablica 6. Parametri poliranja</i>	<i>51</i>
<i>Tablica 7. Rezultati mjerenja hrapavosti površine brušene SiC papirom zrnatosti 1200</i>	<i>55</i>
<i>Tablica 8. Rezultati mjerenja hrapavosti površine brušene SiC papirom zrnatosti 4000</i>	<i>57</i>
<i>Tablica 9. Rezultati mjerenja hrapavosti površine polirane dijamantnom pastom</i>	<i>59</i>
<i>Tablica 10. Rezultati mjerenja hrapavosti površine polirane dijamantnom pastom</i>	<i>61</i>
<i>Tablica 11. Vrijednosti parametara Ra i Rz za četiri stanja površine.....</i>	<i>62</i>
<i>Tablica 12. Osnovne karakteristike tvrdomjera.....</i>	<i>64</i>
<i>Tablica 13. Rezultati mjerenja tvrdoće na površini brušenoj SiC papirom zrnatosti 1200.....</i>	<i>68</i>
<i>Tablica 14. Rezultati mjerenja tvrdoće na površini brušenoj SiC papirom zrnatosti 4000.....</i>	<i>70</i>
<i>Tablica 15. Rezultati mjerenja tvrdoće na površini poliranoj dijamantnom pastom veličine abraziva 15 μm</i>	<i>72</i>
<i>Tablica 16. Rezultati mjerenja tvrdoće na površini poliranoj dijamantnom pastom veličine abraziva 1 μm</i>	<i>74</i>

POPIS OZNAKA

OZNAKA	MJERNA JEDINICA	ZNAČENJE
a_1	N/mm	Koeficijent vezan uz prividnu tvrdoću (elastičnost)
a_2	N/mm ²	Koeficijent vezan uz "stvarnu" tvrdoću (plastičnost)
C_k	-	Konstanta indentora kod Knopove metode
d_v	mm	Veličina dijagonale kod Vickersa
d_k	mm	Duljina dulje dijagonale kod Knoopove metode
E	N/mm ²	Modul elastičnosti
F	N	Sila opterećivanja
g_n	m/s ²	Lokalno ubrzanje Zemljine sile teže
h	mm	Debljina uzorka
h_R	mm	Dubina prodiranja kod Rockwellove metode
HV	-	Tvrdoća po Vickersu
HK	-	Tvrdoća po Knoopu
HS	-	Tvrdoća po Shoreu
L_c	mm	Jedinična dulj. ticala
L_m	mm	Ukupna mjerna duljina
M_r	-	Kontaktna površina odnosno udio nosivog materijala
P_z	-	Broj vrhova
R_a	μm	Srednje aritmetičko odstupanje
R_k	μm	Dubina jezgre hrapavosti
R_z	μm	Srednja visina neravnina
R_e	N/mm ²	Granica razvlačenja
$R_{p0,2}$	N/mm ²	Konvencionalna granica razvlačenja
R_m	N/mm ²	Vlačna čvrstoća
R_{pk}	μm	Reducirana visina vrhova
R_{vk}	μm	Reducirana dubina dolova
R_r^2	-	Pearsonov koeficijent korelacije
S	mm ²	Površina otiska
V	m/s	Brzina otpuštanja indentora
X	N/mm ²	Stupanj opterećenja
Z_p	μm	Najveća visina vrha profila
Z_v	μm	Najveća dubina dna profila

IZJAVA :

Izjavljujem da sam ja – student Vinko Banožić, JMBG 0402986330063, matični broj 1191205211, upisan u X. semestar akademske godine 2010/2011, radio ovaj rad samostalno koristeći se znanjem stečenim tijekom obrazovanja, te uz stručnu pomoć i vođenje mentora Doc.dr.sc. Danka Ćorića kojemu se ovim putem zahvaljujem.

Vinko Banožić

ZAHVALA

Najveća hvala mojim roditeljima i cijeloj obitelji na razumijevanju i podršci tijekom svih ovih godina studiranja. Ovaj diplomski rad posvećujem Vama.

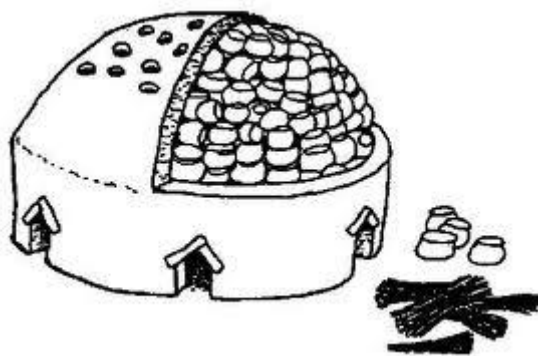
1. Uvod

Keramika dolazi od grčke riječi (*keramos*) koja označava glinu za lončarske predmete. Keramički materijali su općenito anorganski materijali sastavljeni od metalnih i nemetalnih elemenata spojenih ionskim i/ili kovalentnim vezama. Kemijski sastav keramičkih materijala znatno se mijenja od jednostavnih spojeva do smjesa mnogih kompleksnih faza. U pravilu su oblikovani pri sobnoj temperaturi iz sirove mase te postižu svoja tipična svojstva nakon postupka pečenja, odnosno sinteriranja, pri visokim temperaturama i tlakovima. Svojstva keramičkih materijala zbog različitosti u načinu vezivanja također značajno variraju. Primjerice, keramika ima negativan predznak temperaturnog koeficijenta električne otpornosti, što je glavni pokazatelj granice između metala i keramike. Općenito, keramički materijali su tvrdi i krhki s malom žilavošću i duktilnošću. Obično su dobri električni i toplinski izolatori zbog odsutnosti vodljivih elektrona. Keramika se najčešće upotrebljava u elektrotehničkoj industriji (izolatori), no često je susrećemo u automobilske i svemirske industriji zbog dimenzijske postojanosti na visokim temperaturama. Koristi se i u metalurgiji, te zavarivačkoj i toplinskoj tehnici.

Keramika ima visoko talište i veliku kemijsku postojanost u odnosu na mnoge agresivne sredine zbog stabilnosti njenih jakih veza. Zbog ovih, ali i drugih povoljnih svojstava, keramički materijali sve su više zastupljeni u inženjerskim primjenama. Međutim, samo manji dio keramičkih materijala može se koristiti u konstrukcijske svrhe. Ti su materijali poznati kao tehnička keramika, inženjerska keramika ili konstrukcijska keramika. [1]

1.1 Povijest keramike

Keramička industrija jedna je od najstarijih na zemlji. Od kada su ljudi otkrili glinu, te je formirali u različite oblike tako što su je miješali sa vodom, a potom i pekli, nastala je nova grana industrije. Oko 24000 godina prije Krista od keramike se izrađuju figure ljudskog i životinjskog oblika koje su formirane od gline te pečene u pećima djelomično zakopane u zemlju (*slika 1*).



Slika 1. Počeci pečenja keramike [2]

Gotovo 10000 tisuća godina kasnije, s pojavom ljudskih nastambi, javljaju se na području Mezopotamije i Indije prvi blokovi opeke. U razdoblju od 9000 do 1000 godine prije Krista javlja se keramička lončarija za pohranjivanje hrane i pića. (slika 2). Prve keramičke posude u srednjoj Europi izrađuju se prije 7000 do 8000 godina.



Slika 2. Lončarije iz stare Grčke [3]

Razvoj sintetičkih vatrootpornih materijala, oko 1550. godine, bio je glavni temelj za industrijsku revoluciju i preduvjet za korištenje tehnike taljenja metala i stakla, te za proizvodnju koksa, cementa i keramike. U gradnji talioničkih peći u metalurškoj tehnici rabio se prirodni pješčenjak s kaolinskim ili SiO_2 vezivom.

U drugoj polovici 19. stoljeća važan pokretač industrijskog razvoja bila je elektrokermika. Glavni problemi vezani uz električnu izolaciju bili su riješeni uporabom materijala na bazi porculana. Osim toga porculan je otporan na kiseline tako da je dugo vremena bio najvažniji korozijski postojani materijal. Danas se on nadomješta kemijski postojanim čelicima i emajlom, ali također i oksidnom, nitridnom i karbidnom keramikom.

Do prijelaza 19. u 20. stoljeće razvoj keramike imao je pretežno empirijski karakter. Razvoj temeljen na znanstvenim metodama započeo je tek početkom 20. stoljeća.

S poboljšanjem proizvodnih postupaka kvarcnog porculana prvi put je postignuta savojna čvrstoća veća od 100 MPa. 60-ih godina 20. stoljeća posebno je važan bio razvoj porculana povećane čvrstoće na osnovi glinice. To je dovelo do znatnih ušteda u masi velikih izolatora za napone veće od 220 kV.

Širenjem radiotehnike 20-ih godina 20. stoljeća javlja se potreba za specijalnim keramičkim izolatorima kako bi se spriječila prekomjerna pregrijavanja uzrokovana visokofrekventnim poljima. To je potaklo razvoj novih vrsta keramičkih materijala na bazi aluminijske oksida. Osim dobrih izolacijskih svojstava ovi materijali su imali veću toplinsku vodljivost, veću čvrstoću i otpornost na toplinske šokove, manje dielektrične gubitke i ne manje bitno, manju plinsku difuzivnost od porculanskih materijala. U tom razdoblju nastaju kondenzatorski materijali na temelju titanove oksida te započinju istraživanja feroelektričnih i piezoelektričnih svojstava perovskita (BaTiO_3). Na taj je način stvorena široka paleta materijala s poluvodičkim svojstvima koji se koriste za senzore, dijelove za selekciju frekvencija, kondenzatore s velikim površinskim kapacitetom i sl. Daljnji važan korak bio je uvođenje izolatora svjećica od sinteriranog korunda (Siemens 1929.). S razvojem mikroelektronike rasla je i potreba za materijalima na temelju aluminijske oksida. Primjer za to su nosivi materijali za supstrate i kućišta.

Prvi konstrukcijski keramički materijali sastojali su se od aluminijske oksida, a kasnije od cirkonijske oksida. Krajem 60-ih godina 20. stoljeća razvijaju se i koriste materijali s kovalentnom vezom na temelju silicija (silicijev karbid, silicijev nitrid, SIALON itd.). Istraživanja ovih materijala aktualna su još i danas.

Daljnji razvoj keramike biti će usmjeren na poboljšanje postojećih materijala te razvijanje i otkrivanje novih područja primjene. Nove i bitno poboljšane tehnologije izrade i proizvodnje osigurat će bolju kvalitetu i time veću sigurnost u primjeni.

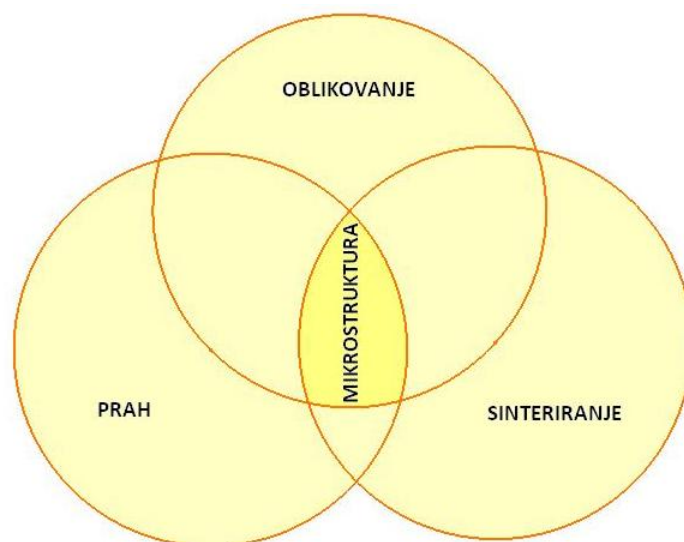
U *tablici 1* ukratko je sažet prikaz razvoja keramike kroz povijest.

Tablica 1. Razvoj keramike kroz povijest [3]

Godina	Razvoj
24000 god. P.K.	Keramičke figurice
14000 god. P.K.	Prvi keramički dijelovi napravljeni u Mezopotamiji i Indiji
9000 do 10000 god. P.K.	Razvoj lončarstva
5000 do 8000 god. P.K.	U Egiptu otkrivene ostakljene površine na pečenoj glini
1500 god. P.K.	Izrađeni prvi stakleni predmeti
1500. god.	Otkriveni sintetički vatrostalni materijali
1800. god.	Porculan kao električni izolator; žarulje sa žarnom niti
1920. god.	Porculan visoke čvrstoće ojačan kvarcom; svjećice, stakla za automobile
1940. god.	Kondenzatori i magnetski feriti
1960. god.	Keramički izolatori za napone preko 220 kV; primjena karbida i nitrida
1970. god.	Keramičke prevlake za katalizatore i filtere čestica Diesel motora
1980. god.	Visokotemperaturni supervodiči

1.2 Proizvodnja tehničke keramike

Tehnička keramika proizvodi se postupkom sličnim onomu za oblikovanje ostalih vrsta keramike poput porculana i kamenina (sličan porculanu ali lošije kvalitete). Osnovna sirovina je prah koji mora biti visoke čistoće. Na osnovna svojstva keramičkih materijala bitno utječe odabir sirovine (čistoće praha) i načina postupka proizvodnje (*slika 3*).



Slika 3. Utjecaj na svojstva keramike

U proizvodnji praha primjenjuju se slijedeći postupci:

- atomizacija (pretvaranje u prah),
- mehaničko drobljenje,
- kemijska redukcija,
- elektrolitičko taloženje.

Tako dobiveni prah dalje se može preraditi u gotovi keramički dio kroz nekoliko faza:

1. priprava sirovine:

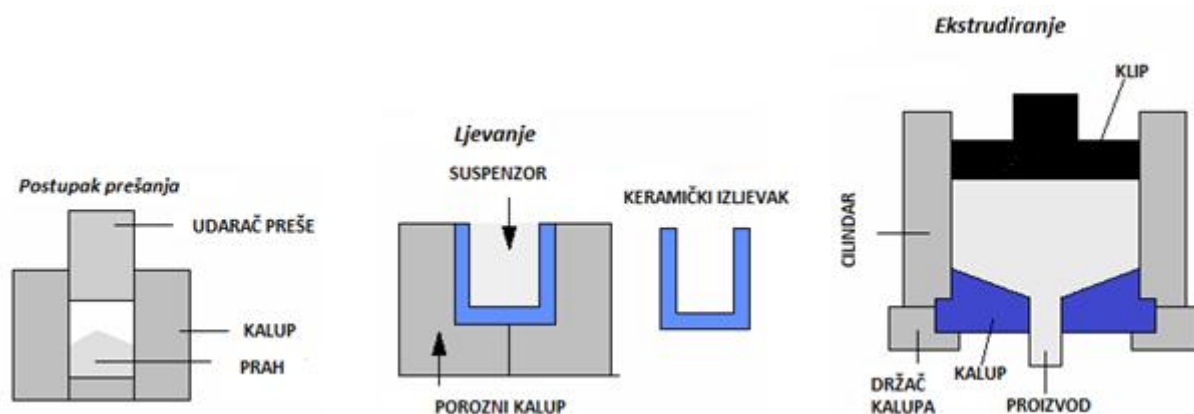
- utvrđivanje sastava,
- miješanje i granuliranje.

2. oblikovanje sirovca:

Oblikovanje sirovca može se podijeliti u dvije glavne skupine, prešanje i lijevanje. Kod tehničke keramike najčešće se koristi prešanje koje može biti u obliku:

- suhog prešanja (< 8 % vode); tlak je veći 30 Mpa,
- hladnog izostatičkog prešanja; tlak je oko 400 Mpa, postiziva gustoća je do 85 % teorijske gustoće,
- injekcijskog prešanja; koristi se kod velikog broja sitnih dijelova složenog oblika.

Na slici 4 prikazani su najčešće primjenjivani postupci oblikovanja tehničke keramike.



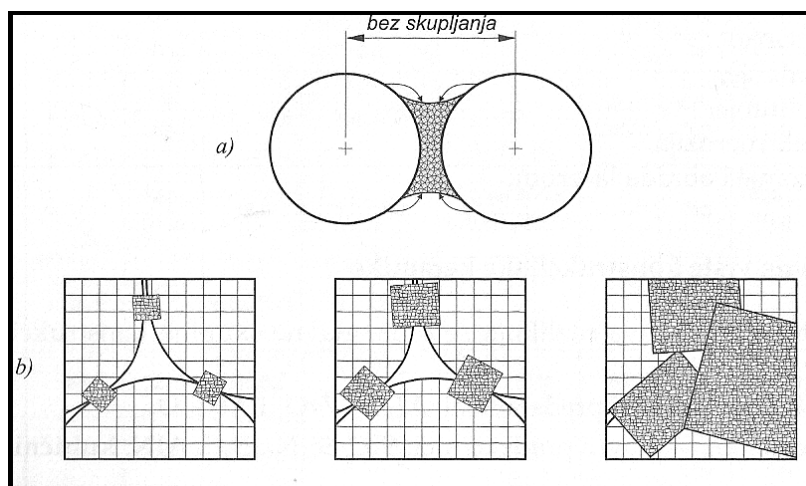
Slika 4. Postupci oblikovanja keramike [4]

Kod prešanja se koriste postupci:

- suho prešanje ($< 8\%$ vode); tlak je > 30 Mpa,
- hladno izostatičko prešanje; tlak je oko 400 Mpa, te se postiže i do 85 % teorijske gustoće,
- injekcijsko prešanje; koristi se kod velikog broja sitnih dijelova složenog oblika.

3. sinteriranje:

Sinteriranje je najvažnija operacija u proizvodnji dijelova od tehničke keramike. Tijekom ovog postupka dolazi do spajanja čestica praha reakcijama u čvrstome stanju. Pokretačka sila za reakciju je vrlo velika površinska energija, a ovisno o temperaturi djeluju adhezija, površinska te volumna difuzija. Budući da je temperatura sinteriranja kod jednokomponentnih sustava oko $0,8 T_t$ (T_t – temperatura tališta) prevladava difuzija. Na mjestu dodira dviju kuglica praha dolazi do njihovog povezivanja stvaranjem vrata, a time do smanjenja površine i površinske energije (slika 5). Konačan rezultat sinteriranja je postignuće maksimalno moguće gustoće (smanjenje poroznosti) i uporabnih mehaničkih svojstava keramičkog izratka. Površine s malim polumjerom zakrivljenosti rastu brzo. Točke dodira imaju najmanji promjer i prve rastu. Atomi difundiraju na ta mjesta dok se praznine kreću u suprotnom smjeru od međupovršine. To kretanje omogućuje veće približavanje čestica i kroz to smanjenje veličine pora, što dovodi do porasta gustoće. Brzina difuzije ovisi o temperaturi, adhezijskoj energiji, difuzijskoj konstanti i početnoj veličini čestica praha. [1]



Slika 5. Sinteriranje praha: a) spajanje dvaju zrnaca, b) smanjenje poroznosti [1]

Najvažniji su sljedeći postupci sinteriranja:

- sinteriranje u različitim atmosferama,
- reakcijsko sinteriranje,
- sinteriranje uz vruće prešanje (HP – Hot Pressing),
- sinteriranje uz vruće izostatičko prešanje (HIP – Hot Isostatic Pressing).

4. završna obrada:

- brušenje dijamantnim alatima,
- lepanje,
- honanje,
- poliranje,
- elektroerozija,
- rezanje i obrada laserom.

1.3 Podjela tehničke keramike

Tehnička keramika može se podijeliti prema *sastavu* na slijedeće skupine:

- oksidna kermika,
- neoksidna keramika,
- silikatna keramika.

Pod **oksidnom keramikom** podrazumijeva se materijal koji se sastoji od jednokomponentnih i jednofaznih metalnih oksida ($> 90\%$). Sirovine se dobivaju sintetičkim putem i imaju visoki stupanj čistoće. Ovi materijali nemaju staklenu fazu ili je udio izuzetno nizak. Pri visokim temperaturama sinteriranja nastaje vrlo ujednačena mikrostruktura koja je odgovorna za poboljšana svojstva.

Primjeri jednokomponentnih sustava oksidne keramike su:

- aluminijev oksid (Al_2O_3),
- magnezijev oksid (MgO),
- cirkonijev oksid (ZrO_2),
- titanov oksid (TiO_2).

Primjeri višekomponentnih sustava oksidne kermike:

- mješana oksidna keramika
 - aluminijev titanat,
 - olovni cirkonij - titanat
- kompozitna keramika
 - aluminijev oksid ojačan cirkonijskim oksidom.

Oksidna keramika se primjenjuje u elektrotehnici i elektronici (dobar izolator), vrlo često kao konstrukcijska keramika i za neelektrične primjene. Ima dobru otpornost na trošenje i visoke temperature, dobru korozijsku postojanost i dobru lomnu žilavost.

Neoksidna keramika se proizvodi isključivo od sintetičkih sirovina. Za izvanredne kombinacije svojstava zaslužne su kovalentne veze u karbidnim i nitridnim kristalnim strukturama. Velik udio kovalentnih veza omogućuju primjenu pri visokim temperaturama, osigurava veliku čvrstoću i tvrdoću, veliki modul elastičnosti, te dobru otpornost na puzanje, trošenje i koroziju. U neoksidnu keramiku spadaju materijali na temelju spojeva silicija (Si), dušika (N), bora (B) i ugljika (C). Postupak dobivanja gotovog proizvoda skuplji je nego kod oksidne keramike. Sirovina mora biti izuzetno fino mljevena, proces izgaranja zahtjeva atmosferu bez kisika, tako da se obično izvodi u vakuumu ili inernom plinu u hermetički zatvorenim komorama. Temperature sinteriranja su više od 2000 °C.

Najvažniji predstavnici neoksidne keramike su:

- silicijev karbid (SiC),
- silicijev nitrid (Si_3N_4),
- aluminijev nitrid (AlN),
- borov karbid (B_4C).

Silikatna keramika je najstarija vrsta keramike. Ima veliku primjenu u termotehnici, mjernoj i regulacijskoj tehnici, u tehnici visokog i niskog napona (izolatori, osigurači, kućišta i katalizatori), procesnoj tehnici, a često se koristi i kod izrade elektroinstalacija i vatrostalnih proizvoda. U silikatnu keramiku se ubraja tehnički porculan, steatit, kordijerit i mulit. Glavna sirovina iz koje se dobiva je materijal bogat silicijem, poput gline i kaolina te glinenca i talka (milovka). Za dodatna svojstva poput visoke čvrstoće, upotrebljavaju se i druge komponente kao što su cirkonij i glinica. Sinterirani izradak sadrži osim kristalnih faza i velik udio staklene faze (>20%) čiji je glavni sastojak silicijev oksid (SiO_2). Silikatna keramika je mnogo jeftinija od oksidne i neoksidne zbog niskih temperatura sinteriranja, dobre kontrole procesa i velike dostupnosti prirodnih sirovina.

Osim prema kemijskom sastavu tehnička keramika se dijeli prema *namjeni* na slijedeće skupine:

- funkcionalna keramika,
- visokokvalitetna keramika,
- konstrukcijska keramika (tehnička, inženjerska),
- elektrokeramika,
- rezna keramika,
- biokeramika.

• **Funkcionalna keramika** je visokokvalitetan materijal čija se svojstva koriste za određenu aktivnu funkciju (npr. keramički dijelovi koji iskazuju posebna električna, magnetska, dielektrična ili optička svojstva).

• **Visokokvalitetna keramika** se definira kao visokorazvijen, visokokvalitetan keramički materijal koji je pretežno nemetalan i anorganski te posjeduje određena ciljana svojstva.

• **Konstrukcijska keramika (industrija i inženjerska)** podrazumijeva materijale koji u bilo kojem obliku moraju izdržati mehanička opterećenja, kao što su ona savojna i tlačna.

• **Elektrokeramika** je visokokvalitetna keramika koja se, na temelju svojih specifičnih svojstava, primjenjuje u elektrotehnici i elektronici. Pri tome elektrotehnika rabi njena izolacijska i mehanička svojstava.

• **Rezna keramika** je visokokvalitetna keramika koju karakterizira otpornost na trošenje i visoke temperature, te je prikladna za izradu alata za obradu odvajanjem čestica (tokarenje, bušenje, glodanje).

• **Biokeramika** je visokokvalitetna keramika koja se koristi u medicini (za nadomjeske, izradu i popravak tvrdog tkiva, kostiju, zubi itd.).

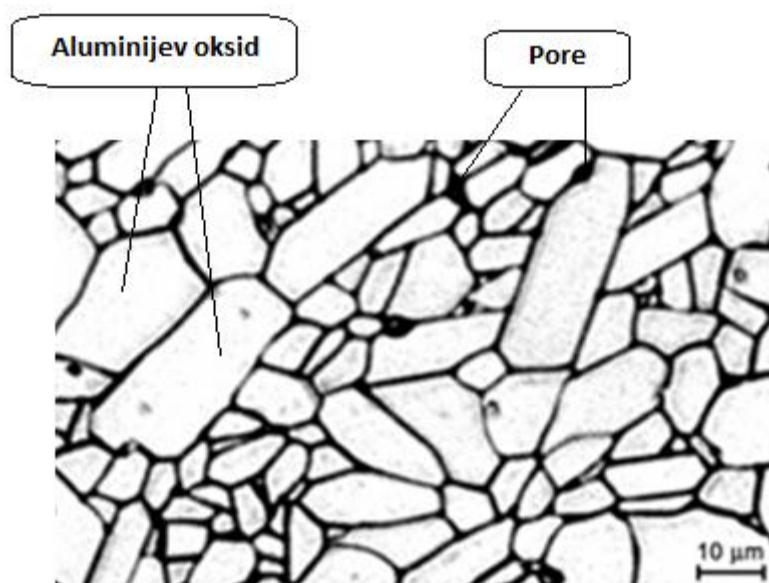
2. Aluminijska oksidna keramika

Aluminijski oksid (Al_2O_3) je najvažniji materijal iz grupe oksidne keramike, izuzetno široke primjene.

Najistaknutija svojstva gusto sinteriranog aluminijskog oksida jesu:

- visoka gustoća (obzirom na druge vrste keramike),
- niska žilavost,
- visoka čvrstoća i tvrdoća,
- temperaturna stabilnost,
- velika otpornost abrazivskom trošenju,
- otpornost na inertne atmosfere (osim vlažne fluorne atmosfere),
- dobar električni izolator,
- korozijska postojanost pri povišenim temperaturama (osim fluorovodične i fosforne kiseline).

U primjeni se najčešće koristi sintetički materijal s udjelom aluminijskog oksida od 80 % do 99 %. Ovisno o udjelu aluminijskog oksida, aditiva, nečistoća i samog procesa sinteriranja mogu se postići različite strukture, a time i različita svojstva ove vrste keramike. Osnovu aluminijske oksidne keramike čine fini kristali rastaljene glinice. Aluminijski oksid je materijal koji se nalazi u prirodi (korund). Dodatkom Al_2O_3 (u kristalnom obliku) gliničnoj keramici dolazi do njezina ojačanja, a homogenost materijala se postiže pravilnom raspodjelom i ujednačenom veličinom zrna (*slika 6*).



Slika 6. Mikrostruktura aluminijeva oksida (99,7% kristala) [5]

Usporedbom svojstava aluminijeve oksidne keramike s drugim vrstama konstrukcijske keramike (tablica 2) jasno su vidljiva vrlo povoljna svojstva aluminijeva oksida.

Tablica 2. Orijentacijske vrijednosti svojstava nekih vrsta konstrukcijske keramike

Vrsta	Kristalna struktura	ρ kg/m ³	toplinska rastezljivost α , 10 ⁻⁶ /K	toplinska vodljivost λ , W/mK	spec. topl. Kapacitet C_p , J/kgK	K _{noo} p tvrdo ća	E kN/mm ²
Al ₂ O ₃	h	3600... 3990	7,2...8,6	27,2 pri 400 K i 5,8 pri 1400 K	1088	1800.. .2300	275...393
Al ₂ TiO ₅		3000	2,4	2			26
djelomično stabiliziran ZrO ₂	k, m, t	5700... 5750	8,9...10,6	1,8...2,2	400	1000.. .1100	205
potpuno stabiliziran ZrO ₂	k	5560... 6100	13,5	1,7...1,9	502 pri 400 K i 670 pri 2400 K	1000.. .1500	97...207
plazmatski naštrcan ZrO ₂	k, m, t	5560... 5700	7,6...10,5	0,7...2,4			48
SiC - sinteriran	α - h	3210	4,3...5,6	63...155 pri 400 K	620...1046	2000.. .3000	207...483
Si ₃ N ₄ - sinteriran	α - h	3180	3	9...30 pri 400 K	400...1600	800... 1900	304

* - heksagonska; k – kubna; m – monoklinska; t – tetragonska

Zbog vrlo povoljnog omjera cijene i kvalitete te univerzalnih svojstava aluminijska oksidna keramika se primjenjuje u sljedećim područjima:

- industriji sanitarija za brtvene elemente,
- elektrotehnici za izolacijske dijelove,
- elektronicu za substrate,
- strojogradnji za dijelove otporne na trošenje (*slika 7*),



Slika 7. Al_2O_3 kuglični ležaj [2]

- kemijskoj industriji za dijelove otporne na koroziju, otporne pri visokim temperaturama na pare, taljevinu i trosku,
- mjernoj tehnici za zaštitne cijevi termoelemenata za mjerenja pri visokim temperaturama,
- medicini:
 - za zubne navlake i proteze (*slika 8*),



Slika 8. Zubna navlaka a) prije sinteriranja b) nakon sinteriranja [5]

- za izrade umjetnih koštanih elementa, tetiva i ligamenata (*slika 9*),



Slika 9. Keramički kuk (lijevo) i pravi kuk (desno)[6]

- za kardiovaskularne upotrebe (umjetni zalisci),
 - za perkutane i dermatološke upotrebe,
 - za kirurške upotrebe (izrada skalpela i drugih kirurških alata)
-
- za visokotemperaturnu primjenu kao što su sapnica plamenika i nosive cijevi grijača.

3. Tvrdća

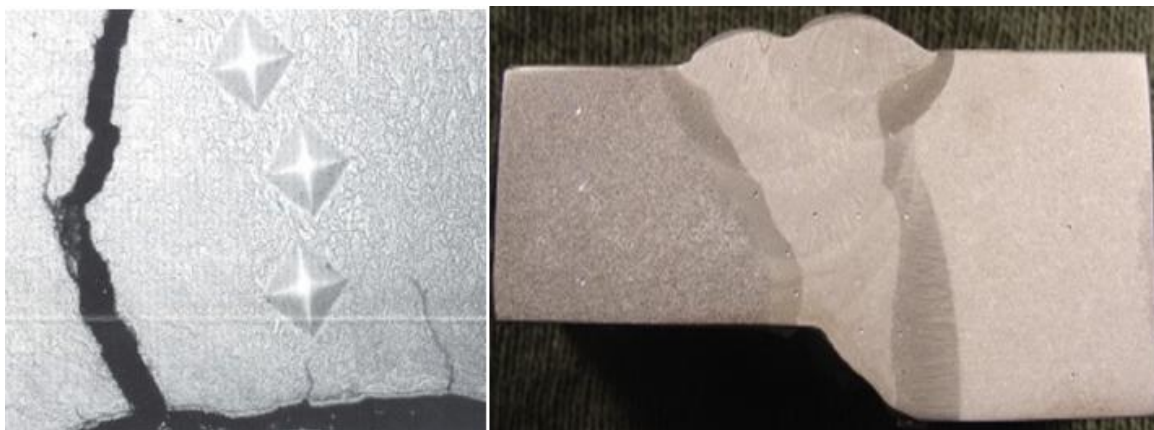
3.1 Podjela tvrdoće

S obzirom na veličinu primijenjene sile utiskivanja tvrdoća se može definirati kao makrotvrdoća, semi-mikrotvrdoća, mikrotvrdoća i nanotvrdoća. Makrotvrdoća se mjeri s opterećenjima jednakim ili većim od 49,03 N. Često se koristi za kontrolu kakvoće raznih postupaka površinske obrade. Ispitivanje može biti statičko i dinamičko s time da statičke metode imaju prednost, jer se lakše ponavljaju, dok se dinamičke metode (Shore) provode ručno uz pomoć jednostavnijih uređaja. Mjerenje semi-mikrotvrdoće zahtijeva opterećenja jednaka ili veća od 1,961 N, a manja od 49,03 N. Ispitivanje mikrotvrdoće koristi se kod ispitivanja vrlo tankih uzoraka ili dijelova malih dimenzija. S obzirom da se radi o vrlo malim silama utiskivanja, koje su niže od 1,961 N, otisci su veoma mali što otežava ispitivanje i zahtijeva specijalne mjerne mikroskope u sklopu tvrdomjera da bi se mogla odrediti veličina otiska. Ispitivanje mikrotvrdoće se može koristiti i pri metalografskim ispitivanjima kada se određuje tvrdoća mikrokonstituenata ili uključaka, odnosno površinskih modificiranih slojeva.

Pri ispitivanju mikrotvrdoće, ovisno o obliku indentora, razlikuju se:

- mikrotvrdoća po Vickersu,
- mikrotvrdoća po Knoopu.

Ispitivanje mikrotvrdoće se u osnovi ne razlikuje od ispitivanja makrotvrdoće. Koristi se isti indenter, redosljed operacija mjerenja je nepromijenjen i rezultati se određuju na isti način, a jedino je razlika u veličini primijenjene sile utiskivanja. Kako se radi o silama utiskivanja manjim od 1,96 N otisak je vrlo mali, veličine od samo nekoliko mikrometara, *slika 10* [9].

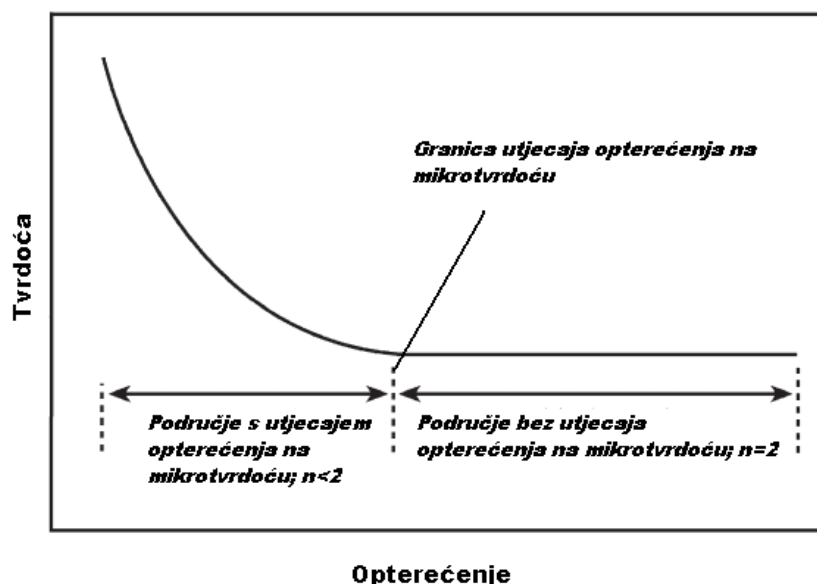


Slika 10. Izgled otisaka pri mjerenju mikrotvrdoće [9]

Nanotvrdoća koja se dobiva nanoutiskivanjem je relativno nova metoda koja se koristi za karakterizaciju mehaničkih svojstava materijala, tankih filmova, prevlaka i podloga vrlo male debljine. Mogu se ispitivati uzorci duljine manje od 100 nm i tanki filmovi debljine manje od 5 nm. Sila opterećivanja je izrazito mala i kreće se $\sim 100 \mu\text{N}$. Metode ispitivanja uključuju utiskivanje za komparativno i kvantitativno mjerenje tvrdoće te struganje za evaluaciju otpornosti na trošenje i adheziju tankih filmova. Ovim postupkom mogu se vrlo brzo odrediti svojstva, kao što su tvrdoća, Youngov modul elastičnosti, te mnoga druga svojstva za gotovo svaki materijal: mekan, tvrd, krhak ili duktilan. Nanoutiskivanje se provodi uz pomoć elektronskog mikroskopa. Mikroskopom se locira ispitivano područje, i nakon nanoutiskivanja određuje se veličina otisaka. Kao indenter koristi se trostrana dijamantna prizma sa čeonim kutovima od 65.3° koja se utiskuje u površinu sve dok sila ne dostigne traženu vrijednost.

3.2 Matematički modeli

Brojna istraživanja pokazuju da tvrdoća ovisi o opterećenju. Utjecaj opterećenja na tvrdoću zamijećen je kod metalnih materijala, anorganskog stakla i keramičkih materijala (monokristali i polikristali) i kod polimernih materijala. Utjecaj opterećenja na tvrdoću shematski prikazuje *slika 11*.



Slika 11. Utjecaj opterećenja na tvrdoću [10]

Kod većine materijala tvrdoća se smanjuje povećanjem opterećenja (normalan utjecaj opterećenja na tvrdoću), odnosno ISE (indentation size effect), dok kod nekih materijala tvrdoća raste s opterećenjem (obrnuti utjecaj opterećenja na tvrdoću). Kod ISE efekta pri vrlo malim opterećenjima prividna tvrdoća je funkcija primijenjenog opterećenja, dok pri visokim opterećenjima (područje bez utjecaja opterećenja na tvrdoću) tvrdoća ima konstantnu vrijednost. Prema literaturnim podacima tvrdoća koja ne ovisi o opterećenju naziva se "stvarnom" tvrdoćom.

Danas je poznato nekoliko objašnjenja o porijeklu utjecaja opterećenja na tvrdoću. Najčešća tumačenja se odnose na nastanak pogrešaka koje proizlaze zbog ograničene rezolucije leće objektiva i osjetljivosti mjerne ćelije, zatim zbog elastičnog povrata otiska nakon rasterećenja, omjera elastične i plastične deformacije tijekom formiranja otiska, gibanja površinskih dislokacija, djelovanja granica zrna, otvrdnjavanja tijekom utiskivanja, pojave zaostalih površinskih naprezanja uslijed brušenja i poliranja itd. [10, 11].

Postoji nekoliko matematičkih modela koji se koriste u svrhu kvantitativnog određivanja ovisnosti primijenjenog opterećenja i veličine otiska nakon rasterećenja:

- Meyerov zakon,
- model otpornosti razmjerni svojstvima uzorka,
- modificirani model otpornosti razmjerni svojstvima uzorka.

Meyerov zakon je empirijski model koji opisuje povezanost između primijenjene sile F i veličine dijagonale baze otiska d kojeg ostavi Vickersova piramida u materijalu. Prema nekim literaturnim podacima vrijednosti Meyerova indeksa n , kreće se u rasponu od 1,5 do 2,0. Ako je Meyerov indeks $n < 2$ tada tvrdoća ovisi o primijenjenom opterećenju, a ako je $n = 2$ onda primijenjeno opterećenje nema utjecaja na izmjerenu tvrdoću. Matematički oblik Meyerovog zakona glasi:

$$F = k \cdot d^n.$$

gdje je:

- F [N] – primijenjena sila,
- k - konstanta materijala,
- n - Meyerov indeks,
- d - dijagonala otiska.

Kao alternativa Meyerovom zakonu koristi se i **model otpornosti razmjernan svojstvima uzorka** (PSR model). PSR model su razvili znanstvenici Li i Bradt. Kod ovog modela, primijenjeno opterećenje F i veličina otiska d povezani su u matematičkim izrazom sljedećeg oblika:

$$F = a_1 \cdot d + a_2 \cdot d^2.$$

U gornjem izrazu a_1 i a_2 predstavljaju koeficijente koji se odnose na prividnu tvrdoću ispitnog uzorka (elastičnost) odnosno „stvarnu“ tvrdoću uzorka (plastičnost). a_1 se izražava u jedinici N/mm, a a_2 u N/mm².

PSR model lako se može transformirati u sljedeću jednadžbu:

$$F/d = a_1 + a_2 \cdot d.$$

Parametri a_1 i a_2 mogu se ocijeniti iz linearne regresijske analize odnosa F/d i d .

Gong i suradnici predložili su modificirani PSR matematički model, koji uključuje utjecaj strojne obrade (brušenje, poliranje) na pojavu zaostalih naprezanja na ispitnoj površini. Tako je nastao **modificirani model otpornosti razmjernan svojstvima uzorka**:

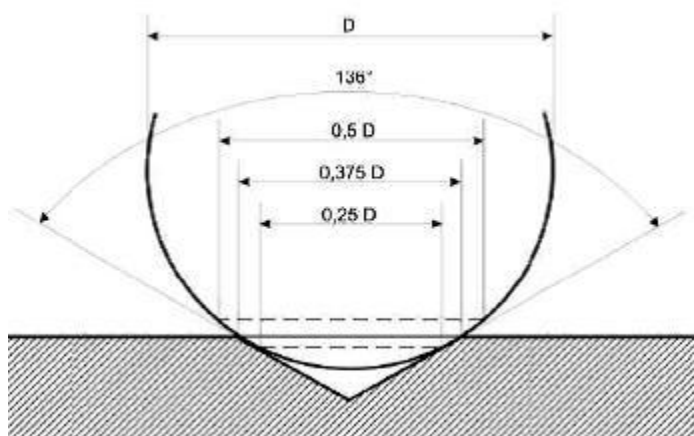
$$F = F_0 + a_1 \cdot d + a_2 \cdot d^2.$$

gdje je F_0 konstanta koja se odnosi na zaostala površinska naprezanja nastala uslijed brušenja i poliranja površine uzorka. [18]

3.3 Vickersova metoda

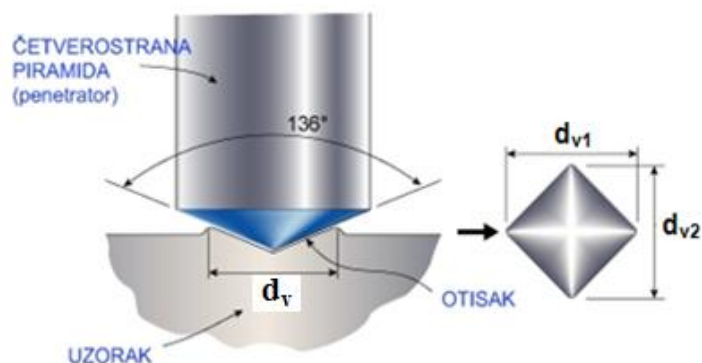
Tvrdoća keramike najčešće se mjeri Vickersovom ili Knoopovom metodom.

Vickersovom metodom moguće mjeriti i najtvrdje materijale, a tvrdoća izmjerena s opterećenjima većim od 49,03 N nije ovisna o primijenjenoj sili utiskivanja. To se postiže uporabom dijamantnog indentora u obliku jednakostrane četverostrane piramide s kutom između stranica od 136° . Ovakav kut nije odabran nasumce, već zbog činjenice da takva geometrija indentora jamči vrijednosti makrotvrdoće neovisne o primijenjenom opterećenju. Ovo je važno jer se tvrdoća mekih i tvrdih materijala može mjeriti primjenom iste sile, kao što se tvrdoća istog materijala može mjeriti s različitim opterećenjima. Kut od 136° zatvaraju tangencijalne ravnine na Brinellovu kuglicu pri optimalnoj veličini otiska $d_b = 0,375 \cdot D$ (slika 12).



Slika 12. Prikaz izbora kuta od 136° [12]

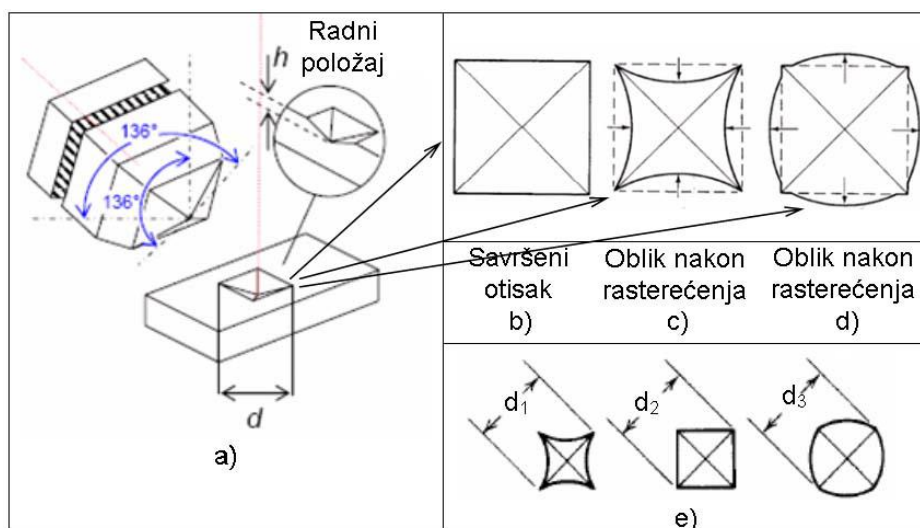
Utiskivanjem Vickersovog indentora u materijalu ostaje otisak oblika šuplje piramide, *slika 13*.



Slika 13. Utiskivanje Vickersovog indentora i izgled otiska [13]

Kod Vickersove metode tvrdoća se računa na osnovi veličine otiska. Pomoću mjernog mikroskopa potrebno je izmjeriti veličinu dijagonala d_{v1} i d_{v2} kvadratne baze piramide otisnute u materijalu.

Otisak koji ostavi Vickersova piramida nije uvijek idealnog kvadratnog oblika, već može doći do njegova iskrivljenja uzrokovanog elastičnim efektom. Na *slici 14c* prikazan je otisak koji je deformiran uslijed elastičnog povrata nakon rasterećenja čime je došlo do njegova skupljanja. Na *slici 14d* otisak je također deformiran, ali u ovom slučaju proširen uslijed plastične deformacije materijala. Stoga otisci Vickersovog indentora mogu biti jednakih dijagonala, ali bitno različitih površina ($d_1=d_2=d_3$; $S_1 < S_2 < S_3$), *slika 14e*.



Slika 14. Geometrija Vickersove piramide i mogući oblici otisaka nakon rasterećenja [18]

Po definiciji, tvrdoća po Vickersu izražava se izrazom:

$$\text{Vickersova tvrdoća} = \text{Konstanta} \cdot \frac{\text{Ispitna sila}}{\text{Površina otiska}}$$

gdje konstanta predstavlja recipročnu vrijednost ubrzanja Zemljine sile teže:

$$\text{Konstanta} = \frac{1}{g_n} = \frac{1}{9,80665} \approx 0,102$$

Stoga Vickersovu tvrdoću opisuje sljedeća jednadžba:

$$HV = \frac{F \cdot 0,102}{S}$$

pri čemu je:

- F [N] – ispitna sila,
- S [mm²] – površina šuplje piramide otisnute u materijalu.

Kada se površina otisnuća izrazi pomoću veličine dijagonale baze otiska Vickersova tvrdoća slijedi iz izraza:

$$\text{Vickersova tvrdoća} = 0,102 \cdot \frac{2 F \sin \frac{136^\circ}{2}}{d_{Vsr}^2} \approx 0,1891 \frac{F}{d_{Vsr}^2}$$

pri čemu je:

- F [N] – ispitna sila,
- d_{Vsr} [mm] – srednja vrijednost dvije izmjerene dijagonale baze otiska.

Primijenjena sila kod Vickersove metode može se kretati u rasponu od 49,03 N (5 kp) do 980,07 N (100 kp). U određenim uvjetima može se primijeniti i manja sila. Mikrotvrdomjeri koji rade po Vickersovoj metodi raspolažu silama utiskivanja od 0,09807 N (0,01 kp) do 0,9807 N (0,1 kp). Ukoliko se opterećenje kreće u rasponu od 1,961 N do uključivo 49,03 N, radi se o semi-mikrotvrdoći. Mjerenje semi-mikrotvrdoće provodi se prvenstveno pri ispitivanju tanjih uzoraka i prevlaka. Nadalje, primjenom malih sila utiskivanja moguće je mjeriti tvrdoću pojedinih zrna (kristala). Tada se govori o mikrotvrdoći.

Za mjerenje mikrotvrdoće primjenjuju se opterećenja manja od 1,961 N. Tada za mjerenje veličine otiska nije dovoljno mjerno povećalo već mjerni mikroskop koji povećava nekoliko stotina puta. Vrijednosti sila opterećivanja za Vickersovu metodu prikazane su u *tablici 3*.

Tablica 3. Vrijednosti sila opterećivanja kod Vickersove metode [14]

Konvencionalna tvrdoća ¹⁾		Semi-mikrotvrdoća		Mikrotvrdoća ²⁾	
Oznaka	Ispitna sila F [N]	Oznaka	Ispitna sila F [N]	Oznaka	Ispitna sila F [N]
HV 5	49,03	HV 0,2	1,961	HV 0,01	0,09807
HV 10	98,07	HV 0,3	2,942	HV 0,015	0,1471
HV 20	196,1	HV 0,5	4,903	HV 0,02	0,1961
HV 30	294,2	HV 1	9,807	HV 0,025	0,2452
HV 50	490,3	HV 2	19,61	HV 0,05	0,4903
HV 100	980,7	HV 3	29,42	HV 0,1	0,9807
¹⁾ Može se primijeniti ispitna sila veća od 980,7 N					
²⁾ Ispitna sila za mikrotvrdoću je preporučena					

Tvrdoća izmjerena po Vickersu općenito se označava simbolom HV uz koji se navodi i veličina primijenjenog opterećenja u kp. Primjerice 400 HV5 znači da je tvrdoća iznosa 400 HV izmjerena silom utiskivanja od $5 \times 9,81$ N (5 kp).

Vrijeme potrebno da se ispitni uzorak potpuno optereti ispitnom silom ne smije biti manje od 2 s niti veće od 8 s. Kod mjerenja mikrotvrdoće ovo vrijeme ne smije preći 10 s. Trajanje ispitne sile treba biti između 10 i 15 s, a za iznimno mekane materijale može se i produljiti. Ukoliko je trajanje utiskivanja produljeno, to je potrebno navesti u oznaci (npr. 150 HV10/50 znači da je izmjerena tvrdoća 150 HV, sila utiskivanja $10 \times 9,81$ N, a trajanje utiskivanja 50 sekundi).

Brzina kojom se indenter primiče ispitnoj površini ne smije biti veća od 0,2 mm/s. Mjerenje se provodi pri temperaturi 10 °C do 35 °C, dok optimalni uvjeti ispitivanja podrazumijevaju temperaturu od 23 ± 5 °C. Za vrijeme mjerenja ne smije biti nikakvih vibracija. Kod više uzastopnih mjerenja, razmak između središta dva susjedna otisaka mora biti trostruko veći od srednje dijagonale otiska (d_v), kako bi se izbjeglo mjerenje u već očvrstnutom dijelu materijala. Ovo vrijedi za čelike, bakar i bakrene legure, dok u slučaju lakih metala, olova, kositra i njihovih legura otisci moraju biti razmaknuti minimalno $6 \times d_v$. Debljina ispitnog uzorka mora iznositi barem $1,5 \times d_v$.

Ispitna površina na kojoj se provodi mjerenje treba biti brižljivo pripremljena, grubo i fino brušena te polirana.

Prednosti i nedostaci Vickersove metode općenito se mogu sažeti kako slijedi:

prednosti metode:

- makrotvrdoća je neovisna o primijenjenoj sili utiskivanja,
- moguće je mjerenje tvrdoće i najtvrdih materijala,
- primjenom male sile utiskivanja moguće je mjerenje tvrdoće vrlo tankih uzoraka i tvrdoće mikrostrukturnih konstituenata,
- Vickersova metoda jedina je primjenjiva u znanstveno istraživačkom radu,
- otisak je vrlo malen pa ne oštećuje površinu (važno pri mjerenju tvrdoće gotovih proizvoda)

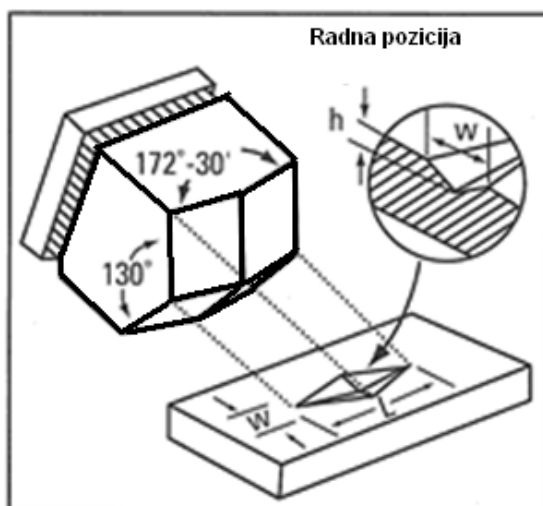
nedostaci:

- potrebna brižljiva priprema ispitne površine,
- za mjerenje veličine otiska potreban je mjerni mikroskop.

Ispitivanje tvrdoće po Vickersu propisano je, temeljem Zakona o normizaciji, normom HRN EN ISO 6507-1:2000 [15].

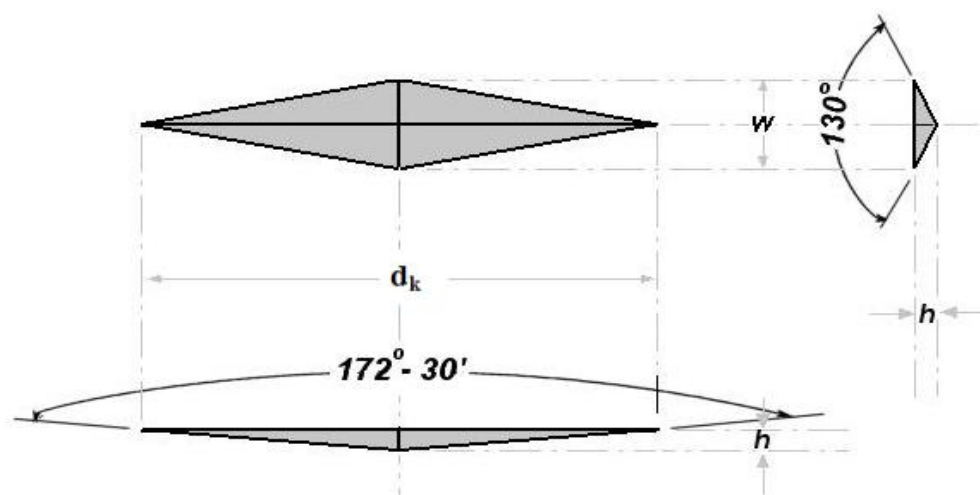
3.4 Knoopova metoda

Knoopova metoda razvijena je 1939. godine u Nacionalnom Uredu Standarda (NIST-National Bureau of Standards) u SAD-u kao inačica Vickersove metode. Kao indenter koristi se dijamantna piramida s kutovima α i β između nasuprotnih ploha $172,5^\circ$, odnosno 130° u odnosu na uzdužnu os indentora (*slika 15*).



Slika 15. Geometrija Knoopove piramide i izgled otiska [16]

Ovakva dijamantna piramida ostavlja u materijalu otisak oblika romba čija je veća dijagonala 7 puta dulja od kraće, *slika 16*.



Slika 16. Otisak kod Knoopove metode [16]

Knoopova tvrdoća se određuje na temelju veličine dulje dijagonale otiska. Budući da se radi o relativno plitkom otisku ovom se metodom uglavnom mjeri tvrdoća krhkih materijala poput keramike i stakla.

Za utiskivanje Knoopovog indentora rabe se sile u rasponu od 0,09807 N (0,01 kp) do 19,614 N (2 kp). Preporučene sile utiskivanja dane su u *tablici 4*.

Tablica 4. Ispitne sile kod Knoopove metode [16]

Oznaka	Primijenjena sila utiskivanja	
	N	kp
HK 0,01	0,09807	0,010
HK 0,02	0,1961	0,020
HK 0,025	0,2452	0,025
HK 0,05	0,4903	0,050
HK 0,1	0,9807	0,100
HK 0,2	1,961	0,200
HK 0,3	2,942	0,300
HK 0,5	4,903	0,500
HK 1	9,907	1,000
HK 2	19,614	2,000

Knoopova tvrdoća koja se označava sa HK definirana je omjerom sile utiskivanja i projicirane površine otiska:

$$HK = \text{Konstanta} \cdot \frac{\text{Ispitna sila}}{\text{Projecirana površina otiska}}$$

Konstanta indentora (c_k) je funkcija geometrije piramide. Izračunava na sljedeći način:

$$c_k = \frac{\tan \frac{\beta}{2}}{2 \tan \frac{\alpha}{2}} ; (\text{idealno: } c_k = 0,07028)$$

gdje su α i β [°] kutovi između nasuprotnih vršnih rubova dijamantne piramide.

Konstanta c_k povezuje projeciranu površinu otiska sa kvadratom dužine dulje dijagonale:

$$HK = 0,102 \cdot \frac{F}{c_k d_k^2} = 1,451 \cdot \frac{F}{d_k^2}$$

gdje je:

- F [N] - sila utiskivanja,
- C_k – konstanta indentora,
- d_k [mm] – dužina dulje dijagonale otiska.

Vrijednost Knoopove tvrdoće može se očitati iz tablica na osnovu veličine dulje dijagonale i primijenjenog opterećenja. Veličine dijagonale d_k kreću se od 0,02 do 0,25 mm s obzirom na primijenjenu silu utiskivanja.

Vrijeme trajanja opterećenja treba biti 10 do 15 sekundi, ako nije drugačije specificirano. Za određene materijale ovo vrijeme može biti i dulje čime se postižu konzistentni rezultati.

Knoopova tvrdoća navodi se tako da uz izmjerenu vrijednost stoji slovni simbol HK te veličina primijenjenog opterećenja u kp. Primjer jedne takve oznake je 450 HK 0,5 gdje 450 označava vrijednost tvrdoće, HK Knoopovu metodu, a 0,5 silu utiskivanja $0,5 \times 9,81$ N. Ukoliko je trajanje opterećenja dulje od 15 sekundi vrijeme se dodatno navodi u oznaci. Tako primjerice 450 HK 0,5/20 označava da je vrijeme utiskivanja iznosilo 20 s [16].

Priprema ispitnog uzorka zahtijeva specijalnu pažnju zbog male dubine otiska Knoopovog indentora. Ispitni uzorak mora biti polirane površine koja je glatka i ravna te ne smije sadržati okside niti strane tvari i mora biti odmašćen. Uzorak se prvo brusi kako bi se uklonile inicijalne nečistoće, a potom polira korištenjem specijalnih dijamantnih pasta ili se primjenjuje tehnika elektropoliranja da bi se postigla što manja hrapavost ispitne površine. Završna obrada treba omogućiti točno određivanje veličine dijagonale otiska. Kod pripreme ispitnog uzorka potrebno je voditi računa da se izbjegnu bilo kakve varijacije površinske tvrdoće koje mogu nastati uslijed zagrijavanja ili hladnog očvrnuća.

Optimalni uvjeti mjerenja podrazumijevaju temperaturu od 23 ± 5 °C. Ako se ispitivanje provodi izvan propisanog temperaturnog područja, to se mora napomenuti u izvještaju. Za vrijeme mjerenja trebaju se izbjeći bilo kakve vibracije koje bi mogle štetno utjecati na rezultate mjerenja. Brzina kojom se indenter približava ispitnoj površini treba biti u rasponu od $15 \mu\text{m/s}$ do $70 \mu\text{m/s}$.

Minimalna udaljenost između granica dva susjedna otiska, orijentirana postrance treba biti najmanje 2,5 puta veća od duljine kraće dijagonale. Za otiske orijentirane vrh do vrha minimalna udaljenost između granica dva susjedna otiska treba iznositi barem jednu dužinu dulje dijagonale. Ako su dva otiska različite veličine, najmanji razmak između njih bazira se na kraćoj dijagonali većeg otiska. Minimalna udaljenost između ruba otiska i kraja ispitnog dijela mora biti barem 3 puta veća od kraće dijagonale otiska.

Ispitivanje tvrdoće po Knoopu propisano je normom ISO 4545-1:2005 [16].

3.5 Problemi kod mjerenja tvrdoće

Uređaji za mjerenje tvrdoće u principu su vrlo osjetljivi, posebice kada je riječ o tvrdomjerima koji rade s malim opterećenjima. Veličina ispitne sile mora se točno prenijeti na indenter koji mora dati kvalitetan otisak kako bi rezultat mjerenja bio vjerodostojan.

Općenito kod mjerenja tvrdoće potrebno je obratiti pažnju na tri čimbenika:

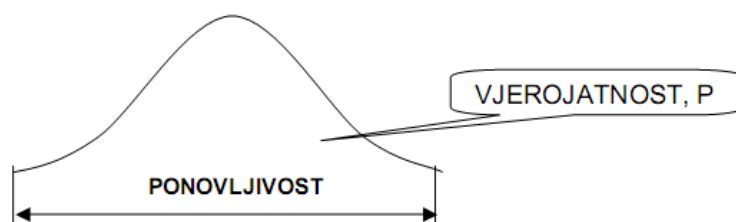
- točnost,
- ponovljivost i
- obnovljivost.
-

Točnost – mogućnost instrumenta da „dobro“ očita tvrdoću standardnog etalona (tj. da uređaj bude umjeren) i da to svojstvo može prenijeti na drugi ispitni uzorak.

Ponovljivost – predstavlja usko slaganje između rezultata uzastopnih mjerenja tvrdoće izvedenih u istim uvjetima koji podrazumijevaju :

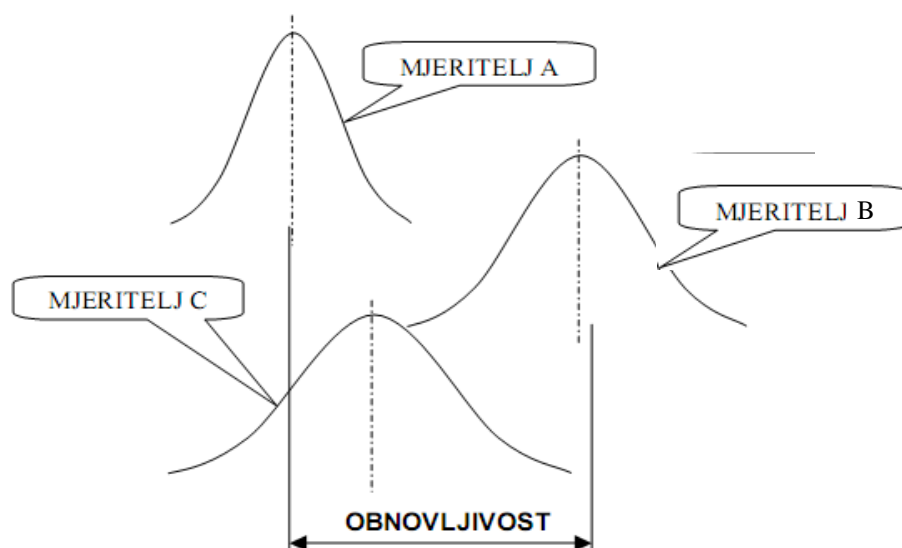
- isti mjerni postupak,
- istog mjeritelja,
- isto mjerilo upotrebljavano u istim uvjetima,
- isto mjerno mjesto,
- ponavljanje u kratkom vremenu.

Ponovljivost se može izraziti količinski s pomoću značajki rasipanja rezultata (*slika 17*).



Slika 17. Ponovljivost rezultata

Obnovljivost – opisuje rasipanje rezultata mjerenja dobiveno od strane većeg broja mjeritelja pri višestrukom mjerenju na istom uzorku uz korištenje istog ili različitog mjernog instrumenta (*slika 18*).



Slika 18. Obnovljivost rezultata

Obnovljivost u najvećoj mjeri određuje utjecaj mjeritelja u varijaciji mjernog sustava.

Da bi rezultat mjerenja bio valjan i pouzdan on mora sadržati ***mjernu nesigurnost***. Mjerna nesigurnost je parametar, pridružen rezultatu mjerenja, koji opisuje rasipanje vrijednosti koje bi se opravdano moglo pripisati mjerenoj veličini. Niti jedno mjerenje nije savršeno kako zbog utjecaja slučajnih faktora (trenutna promjena temperature, tlaka i vlage ili neiskustvo mjeritelja, nesavršenost uređaja i osjetila) tako i zbog ograničenih mogućnosti korekcije sustavnih djelovanja (promjena karakteristike instrumenta između dva umjeravanja, utjecaj mjeritelja pri očitavanju analogne skale, nesigurnost vrijednosti etalona itd.). Stoga mjerna nesigurnost uključuje djelovanja slučajnih utjecaja kao i ograničenih mogućnosti korekcije sustavnih djelovanja.

Na veličinu mjernu sigurnosti utječu:

- mjerni uređaj (tvrdomjer),
- mjeritelj,
- okolina,
- ispitni uzorak.

3.5.1 Mjeritelj

Mjeritelj je važan čimbenik pri mjerenju tvrdoće. On mora posjedovati znanje, vještine, mirnoću te mnogo strpljenja, jer broj mjerenja može biti jako velik i zamoran. Dva različita mjeritelja gotovo nikad neće dobiti iste rezultate mjerenja makar su radili na istom uređaju i na istome uzorku. Uzrok tome je vrijeme u kojem obavljaju mjerenja. Primjerice jedan može raditi u podne pod kvalitetnim daniim svjetlom, a drugi navečer pod umjetnim i za oči zamarajućim svjetlom. Pogreške od strane mjeritelja mogu biti uzrokovane i mjerenjima blizu ruba ispitnog uzorka ili na određenim kritičnim mjestima koje rezultiraju velikim nesigurnostima. Kako bi se utjecaj mjeritelja sveo na što manju mjeru sve više mjerenja danas se provodi automatski, ali bez obzira na to mjeritelj još uvijek ima važnu ulogu u postupku uspješnog mjerenja. S tog gledišta osobito su bitni praksa i stečeno iskustvo te u manjoj mjeri psihološke reakcije i ponašanje individualne osobe koja obavlja mjerenje. Zbog takvih se primjera sve više uvode automatska i računalno upravljana ispitivanja, kako bi se individualne pogreške svele na najmanju moguću mjeru [20].

3.5.2 Okolina

Okolina u kojoj se provode mjerenja mora imati optimalne uvjete. Temperatura i vlažnost zraka, pa i količina svjetlosti moraju se održavati konstantnim. Propisana temperatura kreće se u rasponu od 10 °C do 35 °C s time da je optimalna temperatura 21°C. Prilikom mjerenja ne smije doći do pojave vibracija te postolje, tvrdomjer i sami temelji moraju bit što krući. Utjecaj vibracija posebno je izražen kod malih opterećenja, gdje i mali udar o mjerni stol može stvoriti priličnu grešku mjerenja.

3.5.3 Priprema uzorka

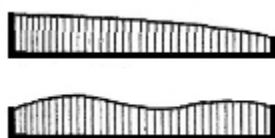
Debljina ispitnog uzorka značajno može utjecati na veličinu mjerne nesigurnosti. Ako je uzorak pretanak može doći do značajne pogreške mjernog rezultata. Debljina uzorka ovisi i o metodi kojom se mjeri tvrdoća. Što je otisak indentora veći debljina uzorka u pravilu mora biti veća. Ako je uzorak pretanak može se oštetiti sami utiskivač, jer se javlja efekt „nakovnja“. Stanje površine uzorka također može utjecati na mjerne rezultate. Primjerice kvaliteta obrade koja određuje hrapavost ili sadržaj nečistoća (masti, ulja), oksida, prašine i dr. može utjecati na odstupanja rezultata od stvarne vrijednosti.

4. Hrapavost tehničkih površina

Tehničke površine su sve one površine strojnih dijelova koje su dobivene nekom od obrada odvajanjem čestica ili obradom bez odvajanja čestica. One su tijekom obrade, ali i eksploatacije izložene djelovanju različitih vrsta oštećenja uzrokovanih primjerice mehaničkim, toplinskim, električnim, kemijskim ili biološkim utjecajima. Najznačajnija su mehanička opterećenja i djelovanja kemijski agresivne okoline, a njihova česta posljedica su deformacije te pojava trošenja i korozije.

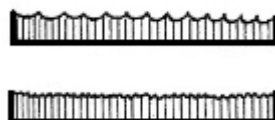
Osnovne vrste deformacija površine mogu se sažeti u slijedeće skupine:

- **makroneravnine** (slika 19):
 - neparalelnost površine,
 - valovitost



Slika 19. Neparalelnost i valovitost površine [7]

- **mikroneravnine** (slika 20):
 - izbrazdanost,
 - hrapavost.



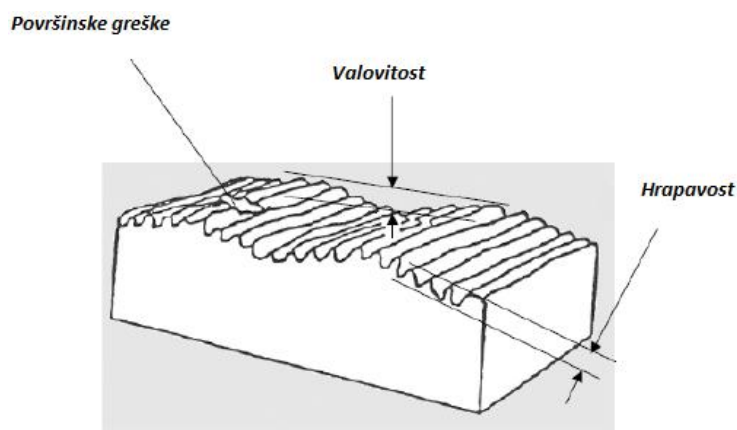
Slika 20. Izbrazdenost i hrapavost površine [7]

- **nanoneravnine**
- **rezultanta deformacija** (slika 21):



Slika 21. Rezultanta svih vrsta deformacija [7]

Na slici 22 dan je jedan zorni prostorni prikaz deformirane površine na kojoj je istovremeno uočljivo više različitih oblika deformacije.



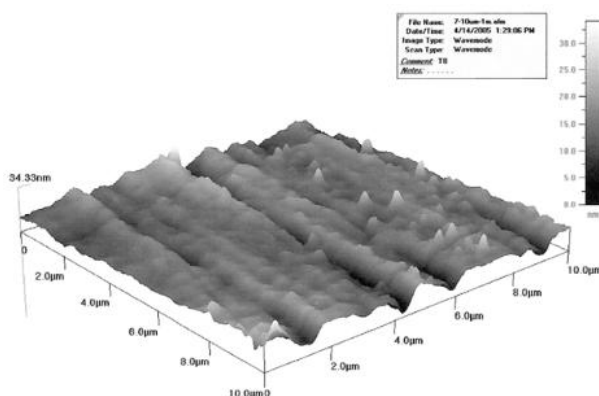
Slika 22. Prostorni prikaz deformirane površine [7]

Tehničke površine nisu idealno glatke geometrijske plohe, nego su to, mikroskopski gledano, hrapave plohe karakterizirane nizom neravnina raznih veličina, oblika i rasporeda.

Veličina hrapavosti može utjecati na:

- smanjenje dinamičke izdržljivosti, odnosno smanjenje čvrstoće oblika,
- pojačano trenje i trošenje opterećenih površina,
- smanjenje prijeklopa kod steznih spojeva, a time i smanjenje nosivosti steznog spoja,
- ubrzavanje korozije.

Osnovni pojmovi o hrapavosti definirani su normom ISO 4287. **Površinska hrapavost** predstavlja sveukupnost mikrogeometrijskih nepravilnosti na površini predmeta (koje su mnogo puta manje od površine cijelog predmeta), a uzrokovane su postupkom obrade ili nekim drugim utjecajima (slika 23).

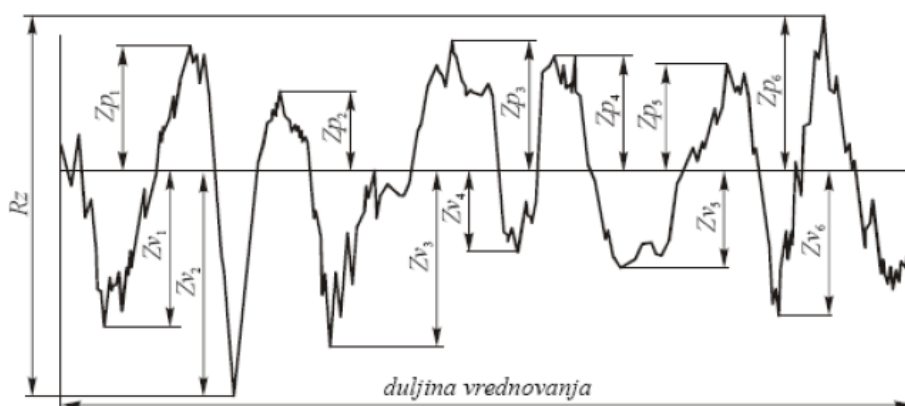


Slika 23. Površinska hrapavost [7]

Bitne veličine koje opisuju hrapavost površine jesu:

- R_a - prosječno odstupanje profila hrapavosti,
- R_z - maksimalna visina neravnina,
- M_r – kontaktna površina odnosno udio nosivog materijala.

Maksimalna visina profila R_z je zbroj duljine najveće visine vrha profila Z_p i najveće dubine dna profila Z_v na određenoj dužini vrednovanja [7]. Određivanje maksimalne visine profila R_z prikazano je slikom 24.



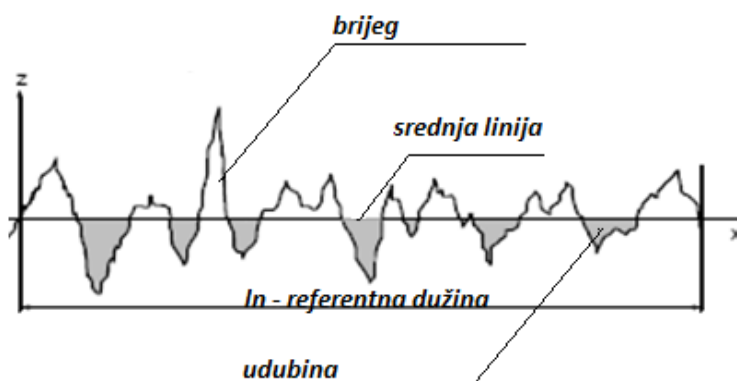
Slika 24. Određivanje maksimalne visine profila R_z [7]

Srednje aritmetičko odstupanje mjerenog profila R_a predstavlja aritmetički prosjek apsolutne ordinatne vrijednosti $Z(x)$ na dužini uzorka, te se može iskazati formulom:

$$R_a = \frac{1}{l} \int_0^l |Z(x)| dx \quad \text{ili} \quad R_a = \frac{1}{l} \int_0^l |Zx_i| dx$$

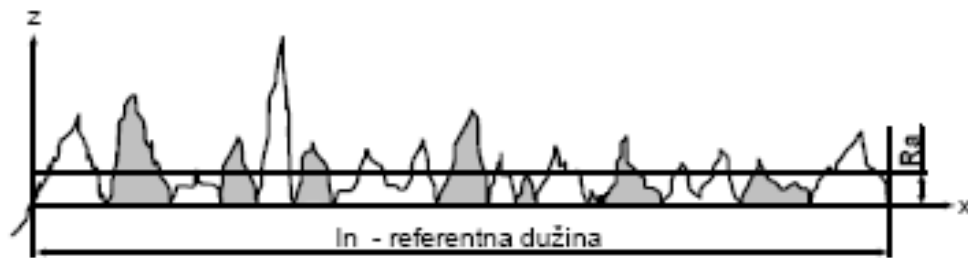
gdje je n broj ordinata Zx koraka Δx .

Kod izračunavanja srednjeg aritmetičkog odstupanja profila R_a potrebno je snimiti najveće visine vrha profila Z_p i najveće dubine dna profila Z_v i potom odrediti srednju liniju hrapavosti profila kao što je prikazano slikom 25.



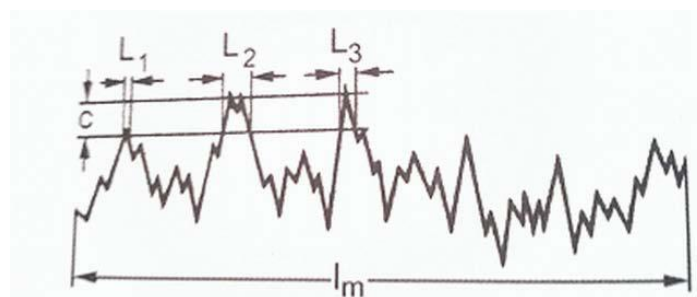
Slika 25. Odrađivanje srednje linije hrapavosti oblika [7]

Potom se određuje srednje aritmetičko odstupanje R_a koje predstavlja ravninu koja najbolje aproksimira površine koje se nalaze iznad i ispod linije R_a , slika 26.



Slika 26. Određivanje srednjeg aritmetičkog odstupanja R_a [7]

Kontaktne površina M_r je definirana kao udio površine naližeganja (na određenoj liniji) prema ukupnoj površini (slika 27).



Slika 27. Određivanje kontaktne površine M_r [7]

Prema gornjoj slici kontaktne površina slijedi iz izraza:

$$M_r = \frac{1}{l_m} (L_1 + L_2 \dots L_m) \times 100\%$$

5. Keramografija

Keramografija je područje znanosti o keramici unutar kojeg se proučava struktura keramike, te razvoj i primjena tehnika i postupaka izrade uzoraka za analizu. Time se dobiva bolji uvid u strukturu i svojstva [8].

Pod pojmom keramografija podrazumjeva se analiza mikrostrukture keramike reda veličine približno 0,1 do 100 μm . Područje od oko 100 μm je granica razlučivanja ljudskog oka bez pomagala. Razina strukture koja je veća od 100 μm naziva se makrostrukturom.

Mikrostruktura keramike uključuje:

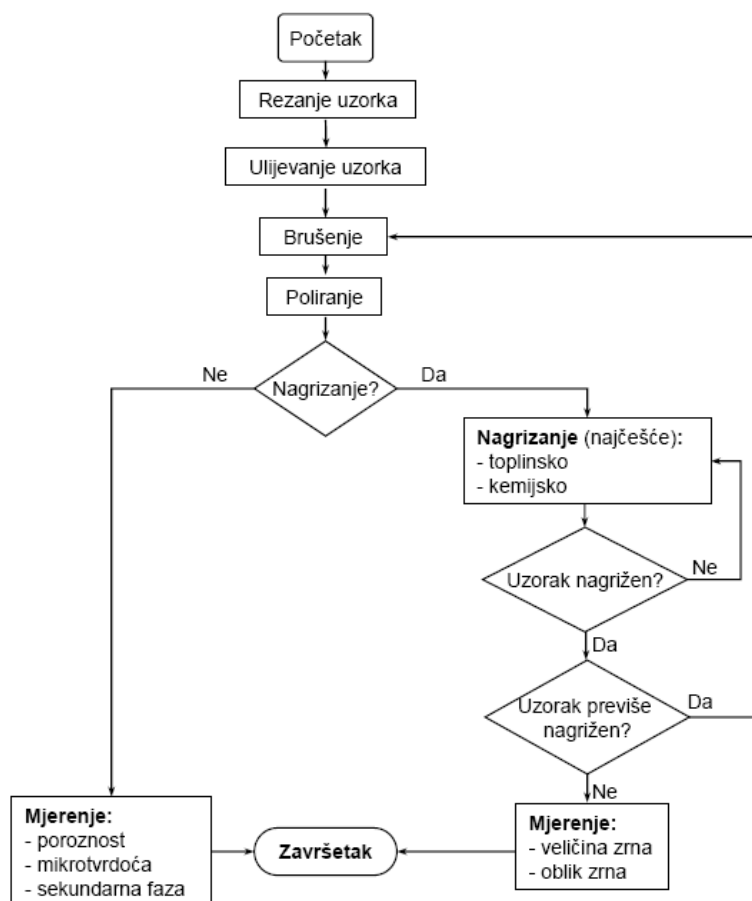
- kristalna zrna,
- granice zrna,
- sekundarne faze,
- pore,
- mikropukotine.

Kvalitetno pripremljen keramografski uzorak važan je segment mikrostrukturne analize. Zadovoljavajuća priprava uzorka je osnovni preduvjet za uspješnu provedbu mikrostrukturnog ispitivanja. Ispitni uzorak koji mora vjerodostojno predstavljati materijal treba biti ravan, gladak i sjajne površine. Priprema uzorka započinje utvrđivanjem mjesta s kojeg se uzorak uzima. Nakon toga slijedi **rezanje** kojim se izdvaja reprezentativni uzorak iz keramičke komponente, uzorak prikladan za brušenje, poliranje i promatranje pod mikroskopom te svakako zanimljiv za istraživanje. Rezanje uzorka se obavlja na uređaju za rezanje (rezalica) koji sadrže metalni disk koji rotira velikim brojem okretaja (2000 do 5000 okretaja u minuti). Sile rezanja kreću se u rasponu od 4,9 N do 9,81 N. Za veće brzine rezanja povoljnije je povećati brzinu okretanja diska nego opterećenje, iz razloga što veća opterećenja uzrokuju veća oštećenja ispitnog uzorka. Rezanje se provodi uz obavezno intenzivno hlađenje. Sredstvo za hlađenje mora biti inertno prema materijalu uzorka.

Nakon uzimanja uzorka slijedi njegova priprava koja se odvija kroz faze:

- zalijevanje,
- brušenje,
- poliranje,
- nagrizanje.

Faze keramografske priprave uzorka prikazane su dijagramom toka na slici 28.



Slika 28. Dijagram toka pripreme uzorka za keramografiju [19]

Zbog malih dimenzija, nepravilnog oblika, ali i lakšeg rukovanja kod daljnje priprave uzorci se prije brušenja **zalijevaju u polimernu masu**. Zalijevanje uzoraka može biti toplo i hladno. Toplo se zalijeva prešanjem praha pri povišenim temperaturama do 180 °C i tlaku do 4 bara. Za hladno zalijevanje koriste se dvo- ili tro-komponentna sredstva.

Brušenje uzoraka je postupak kojim se uklanjaju tragovi rezanja, uzorci se ravnaју te se čisti površina. Brušenje se obavlja brusnim pločama različite veličine abraziva. Uzorci se mogu brusiti ručno ili automatski. Ručnim brušenjem se postiže bolja kontrola dubine brušenja nego automatskom obradom. Za brušenje keramike koriste se abrazivi od dijamanta, ali se također primjenjuje i brusni papir sa silicij karbidom (SiC) te ploče kubičnog bor nitrida (BN).

Po završetku operacije brušenja slijedi **poliranje** uzorka dijamantnim pastama različite veličine abraziva. U poliranom stanju moguće je odrediti udio pora, prisutnost mikropukotina, sekundarne faze te se provodi mjerenje mikrotvrdoće.

Prema potrebi keramički uzorak se dalje **nagrizi** toplinskim ili kemijskim putem da bi se odredila veličina i oblik kristalnog zrna.

6. Eksperimentalni dio

6.1 Uvod

U eksperimentalnom dijelu rada želi se pokazati kako stanje površine tj. njena hrapavost utječe na vrijednosti izmjerene tvrdoće. Stoga su provedena ispitivanja tvrdoće na uzorku aluminij oksidne keramike (Al_2O_3) koji je različito keramografski pripremljen: brušen odnosno poliran kako bi se ostvarile različite površinske hrapavosti. Na temelju dobivenih rezultata ispitivanja i njihove analize pokušat će se odrediti optimalno stanje pripreme keramičkog uzorka u svrhu točnog i valjanog mjerenja tvrdoće.

6.2 Plan eksperimenta

Eksperimentalni dio rada sadrži mjerenje tvrdoće aluminij oksidne keramike Knoopovom metodom uz tri različita opterećenja: 0,4903 N (0,05 kp), 4,903 N (0,5 kp) i 49,03 N (5 kp). Ova se mjerenja provode u Laboratoriju za ispitivanje mehaničkih svojstava na Fakultetu strojarstva i brodogradnje, Zavod za materijale. Tvrdoća se ispituje za četiri različita stanja hrapavosti površine keramičkog uzorka. Zato se uzorak brusi brusnim papirima različite kvalitete odnosno polira dijamantnim pastama različite veličine abraziva. Brušena stanja uključuju brušenje SiC brusnim papirom zrnatosti 1200 odnosno 4000 s pripadajućom veličinom zrna 10 μm i 5 μm , dok su polirana stanja ostvarena dijamantnim pastama veličine abraziva 15 μm i 1 μm . Za potrebe keramografske pripreme uzorka korištena je oprema Laboratorija za materijalografiju na Katedri za materijale i tribologiju. Za svako brušeno i polirano stanje načinjena su mjerenja površinske hrapavosti, a uzorak je slikan kako bi se i vizualno prikazalo stanje površine te izgled otisaka Knoopovog indentora. Mjerenja hrapavosti su obavljena u Zavodu za kvalitetu, Katedra za mjerenje i kontrolu. Svi dobiveni rezultati statistički su obrađeni i detaljno analizirani kako bi donijeli određeni zaključci o načinu keramografske pripreme keramičkih uzoraka u svrhu ispitivanja tvrdoće.

Plan eksperimenta se može sažeti po fazama kako slijedi:

- ✓ brušenje keramičkog uzorka brusnim papirom znatosti 1200, veličine abraziva 10 μm ,
- ✓ mjerenje hrapavosti keramičkog uzorka,
- ✓ mjerenje tvrdoće Knoopovom metodom uz tri različita opterećenja,
- ✓ slikanje otisaka i stanja površine,
- ✓ brušenje keramičkog uzorka brusnim papirom znatosti 4000, veličine abraziva 5 μm ,
- ✓ mjerenje hrapavosti keramičkog uzorka,
- ✓ mjerenje tvrdoće Knoopovom metodom uz tri različita opterećenja,
- ✓ slikanje otisaka i stanja površine,
- ✓ poliranje keramičkog uzorka dijamantnom pastom veličine abraziva 15 μm ,
- ✓ mjerenje hrapavosti keramičkog uzorka,
- ✓ mjerenje tvrdoće Knoopovom metodom uz tri različita opterećenja,
- ✓ slikanje otisaka i stanja površine,
- ✓ poliranje keramičkog uzorka dijamantnom pastom veličine abraziva 1 μm ,
- ✓ mjerenje hrapavosti keramičkog uzorka,
- ✓ mjerenje tvrdoće Knoopovom metodom uz tri različita opterećenja,
- ✓ slikanje otisaka i stanja površine,
- ✓ obrada rezultata i njihova analiza,
- ✓ donošenje određenih zaključaka o utjecaju pripreme površine na izmjerenu tvrdoću.

6.3 Priprema uzorka

Aluminij oksidna keramika (Al_2O_3) na kojoj je provedeno ispitivanje izrađena je u tvrtci Applied Ceramics, Inc., Fremont, Kalifornija, SAD.

Za potrebe planiranih ispitivanja potrebno je uzorak aluminij oksidne keramike odgovarajuće pripremiti. Priprema uzorka jedan je od najvažnijih čimbenika za dobivanje valjanih rezultata mjerenja. Pod pripremom se podrazumijeva brušenje i poliranje po točno razrađenim postupcima prilagođenim keramičkim materijalima.

Na početku procesa pripreme uzorak se zalijeva u „Duro Fix – 2 Kit“ masu (*slika 29*) kako bi se njime lakše rukovalo. Masa „Duro Fix – 2 Kit“ sastoji se od praha i tekućine koji su pomiješani u omjeru 1:2. Samo zalijevanje se vrši na hladno tako da se masa ulijeva kalup u kojem se nalazi uzorak. Nakon što odstoji 20 minuta tako zaliveni uzorak može se dalje pripremati.



Slika 29. Zaliveni keramički uzorak

6.3.1 Brušenje

Brušenje je jedan od najzastupljenijih postupaka obrade odvajanjem čestica. Njime se otklanjaju tragovi nastali grubim obradama i smanjuje hrapavost površine što je vrlo bitno kod mjerenja tvrdoće, posebice kada se radi o Knoopovoj metodi koja je korištena u ovom radu. Kao i svakom obradom tako se i brušenjem na površini uzorka mogu stvoriti zaostala naprezanja koja mogu uzrokovati greške kod mjerenja tvrdoće. Kod brušenja duktilnih materijala (čelik, aluminij, bakar itd.) dolazi do plastične deformacije klizanjem materijala po kliznim ravninama, a kod brušenja krhkih materijala (keramika, minerali itd.) čestice se odvajaju mehanizmom krhkog loma. Međutim pri finom brušenju krhkih materijala također se jedan mali dio materijala odvaja plastičnom deformacijom.

Brušenje uzorka ispitivane aluminijske oksidne keramike obavljano je uređaju DAP – W STERUERS (*slika 30*).



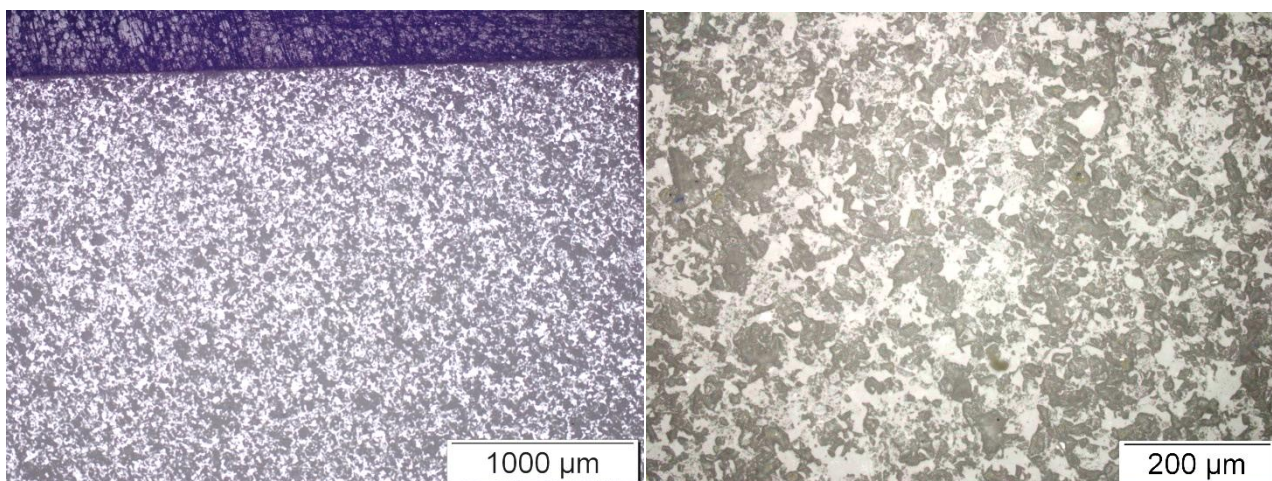
Slika 30. DAP – W STERUERS

Slijed brušenja po fazama prikazan je prikazan u *tablici 5*. Prije postavljanja uzorka na brusnu ploču, istu je potrebno prvo navlažiti. Samo brušenje se odvija u nekoliko faza, a nakon svake faze uzorak je potrebno isprati u vodi kako bi se uklonila zaostala zrna abraziva. U početnoj fazi uzorak se brusi s pomoću dijamantnih brusnih ploča različite finoće zrna. Za potrebe ovog rada korištene su brusne ploče oznaka grit 220 i grit 600 s veličinom abraziva 65 μm odnosno 20 μm . Broj okretaja brusne ploče je iznosio 300 o/min, a sila pritiska 75 N. U narednim fazama brušenje je provedeno s pomoću brusnih papira (SiC) zrnatosti 1200, 2400 i 4000. Svaka faza brušenja otprilike je trajala 5 min i pri tom se uzorak hladio vodom kako ne bi došlo do neželjenih mikrostrukturnih transformacija.

Tablica 5. Parametri brušenja

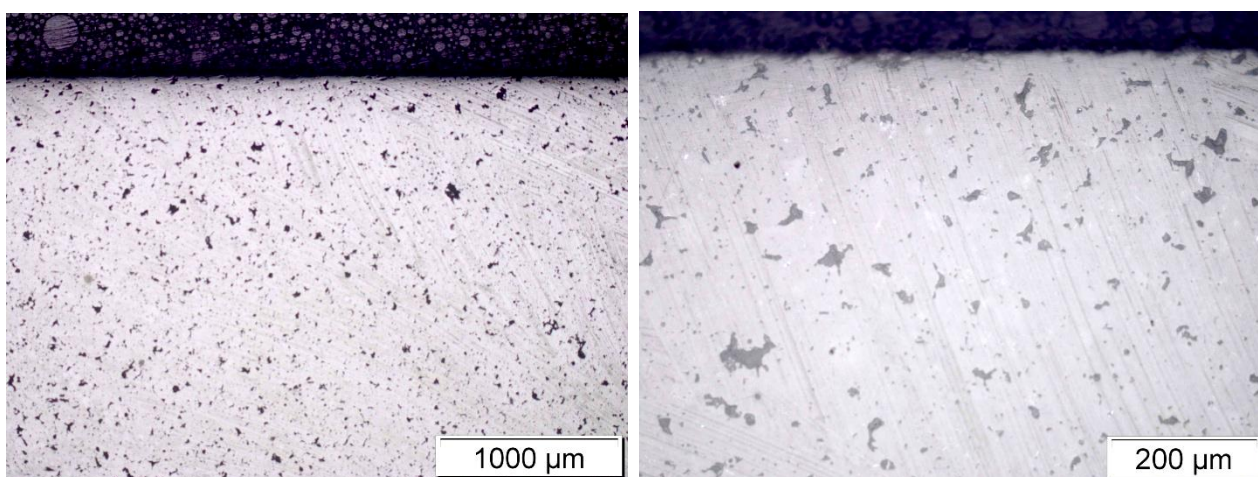
	faza 1	faza 2	faza 3	faza 4	faza 5
Podloga	Grit 220	Grit 600	Brusni papir	Brusni papir	Brusni papir
Abraziv	Dijamant	Dijamant	SiC	SiC	SiC
Finoća zrna	220	600	1200	2400	4000
Sila pritiska, N	75	75	75	75	75
Vrijeme, min	5	5	5	5	5
Sredstvo za hlađenje	voda	voda	voda	voda	voda
Brzina vrtnje, o/min	300	300	300	300	300

Prvo stanje pripreme uzorka ostvareno je brušenjem relativno grubim brusnim papirom zrnatosti 1200. Za ovo stanje poroznost uzorka je vrlo velika, a uzrok tomu je kidanje keramičkih zrna u površinskom sloju materijala pod djelovanjem SiC abraziva. SiC zrna uzrokuju učestalu pojavu krhkog loma na površini keramičkog uzorka. *Slika 31* prikazuje površinu nakon brušenja ovim brusnim papirom, snimljenu uz povećanja 50 (slika lijevo) odnosno 200 puta (slika desno).



Slika 31. Površina nakon brušenja brusnim papirom znatosti 1200

Drugo stanje pripreme uzorka postignuto je brušenjem papirom znatosti 4000. Iz *slike 32* koja prikazuje izgled površine jasno je vidljivo da je ona sada znatno finija i sadrži mnogo manje pora. Razlog tome su sitnija zrna brusnog papira ($5\mu\text{m}$) koja su uzrokovala značajno manje lomljenje keramičkih zrna na površini uzorka.



Slika 32. Površina nakon brušenja brusnim papirom znatosti 4000

6.3.2 Poliranje

Poliranjem se skidaju tragovi nastali brušenjem i preostali deformirani površinski sloj. Po završetku obrade polirana površina mora biti ravna, glatka i bez ogrebotina.

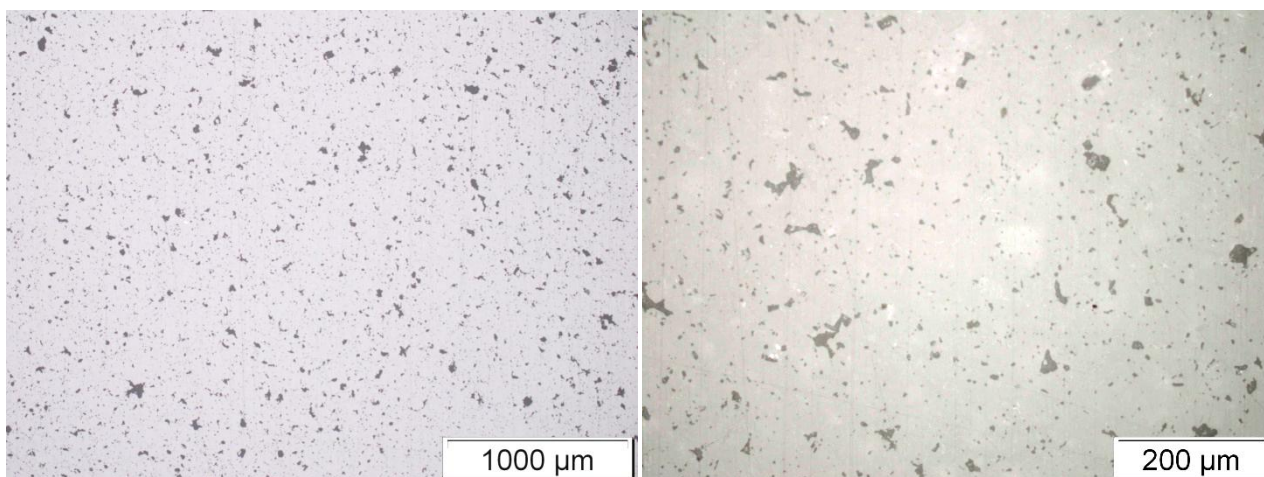
Posljednja dva stanja pripreme površine postignuta su poliranjem dijamantnim pastama različite veličine abrazivnih čestica. Poliranje je obavljeno sukladno STRUERS-ovim smjericama za Al_2O_3 keramiku. Postupak poliranja po fazama prikazan je u *tablici 6*. Nakon brušenja dijamantnim pločama uzorak je poliran dijamantnim pastama granulacije abraziva 15, 6, 3 i 1 μm . Poliranje je na automatskoj polirki provedeno je pri broju okretaja od 150 o/min uz tlačnu silu 250 N.

Uzorak se prvo polira dijamantnom pastom veličine abraziva 15 μm nakon čega se ispire vodom, a potom i u etilnom alkoholu. Na taj način postignuto je i treće stanje pripreme površine. Četvrto stanje podrazumijevalo je poliranje najfinijom dijamantnom pastom. Stoga je uzorak morao proći sve faze obrade od 1 do 6 da bi se na kraju završno polirao dijamantnom pastom veličine abraziva 1 μm .

Tablica 6. Parametri poliranja

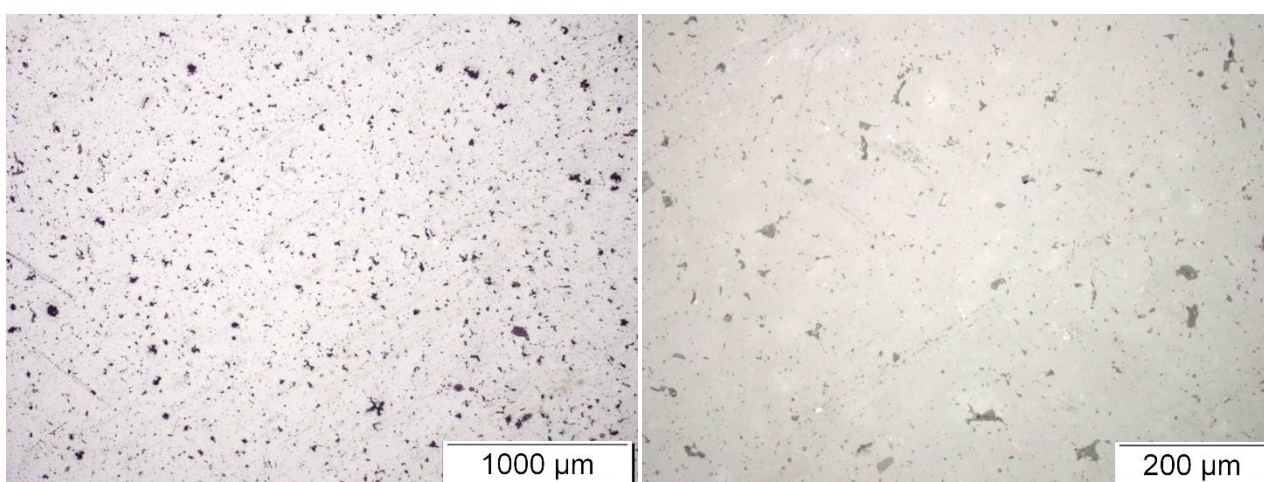
	faza 1	faza 2	faza 3	faza 4	faza 5	faza 6
Podloga	Grit 220	Grit 600	Pan-W	DP-Plan	DP-Mol	OP-Chem
Abraziv	Dijamant	Dijamant	Dijamantna pasta	Dijamantna pasta	Dijamantna pasta	Dijamantna pasta
Finoća zrna	220	600	15 μm	6 μm	3 μm	1 μm
Sila pritiska, N	75	75	250	250	250	250
Vrijeme, min	5	5	5	5	5	5
Lubrikant	Blue	Blue	Blue	Blue	Blue	Blue
Brzina vrtnje, o/min	300	300	150	150	150	150

Na *slici 33* prikazana je površina Al_2O_3 uzorka polirana dijamantnom pastom finoće abraziva 15 μm . Udio pora u površinskom sloju sada je nešto manji nego kod brušenja papirom 4000, ali još uvijek je prilično visok. Snimke površine načinjene su uz povećanja 50x (lijevo) i 200x (desno).



Slika 33. Površina nakon poliranja dijamantnom pastom veličine abraziva 15 µm

Slika 34 prikazuje konačno stanje površine keramičkog uzorka. Ono je dobiveno poliranjem dijamantnom pastom finoće 1 µm. Očito je da se na ovaj način znatno smanjio udio pora, što će zasigurno olakšati samo mjerenje tvrdoće.



Slika 34. Površina nakon poliranja dijamantnom pastom veličine abraziva 1 µm

6.4 Ispitivanje hrapavosti

Mjerenje hrapavosti površine uzorka provedeno je za svako stanje keramografske pripreme. Ovim ispitivanjima određeni su parametri hrapavosti R_a i R_z nakon brušenja odnosno poliranja s ciljem da bi se odredio utjecaj stanja površine na vrijednosti tvrdoće. Osim hrapavosti na površini su prisutna i druga odstupanja poput valovitosti oblika te površinske greške u obliku pora.

Hrapavost se može definirati kao sveukupnost mikrogeometrijskih nepravilnosti na površini predmeta. Ove nepravilnosti posljedica su postupaka obrade ali i nekih drugih utjecaja.

Parametri hrapavosti općenito mogu biti:

- vertikalni,
- horizontalni,
- hibridni.

a) Vertikalni parametri hrapavosti:

$R_y = R_{\max}$ – najveća visina neravnina profila

R_a – srednje aritmetičko odstupanje profila

R_z – visina neravnina profila u 10 točaka

b) Horizontalni parametri hrapavosti:

$R_m = 5 \cdot m$ – srednji korak neravnina profila

P_c – broj vrhova profila

c) Hibridni parametri hrapavosti:

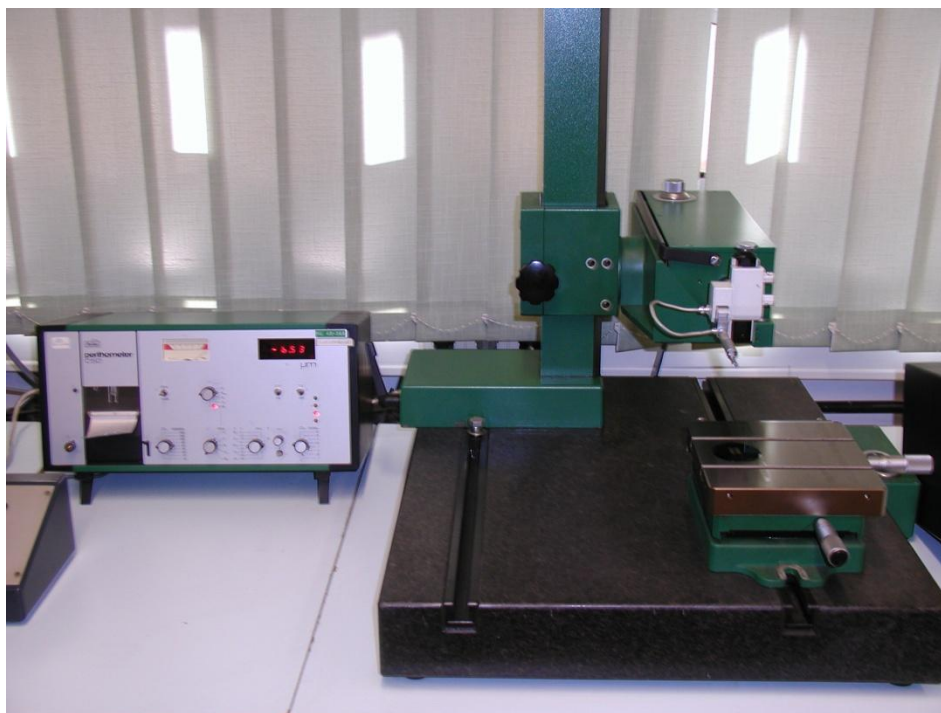
R_{pk} – reducirana visina vrhova

R_k – dubina jezgre hrapavosti

R_{vk} – reducirana dubina dolova

Za ispitivanja u ovom radu u obzir su uzeti vertikalni parametri hrapavosti R_a i R_z . Parametar R_a predstavlja srednje aritmetičko odstupanje profila. To znači da se na jediničnoj dužini površine od ukupnih iznosa amplituda hrapavosti izračuna srednja vrijednost. Parametar R_z predstavlja visinu neravnina profila u 10 točaka. To znači da se na jediničnoj dužini površine uzima 5 točaka najvišeg brijega i najdublje doline te se iz njih računa srednja vrijednost koja predstavlja R_z [10].

Površinska hrapavost uzorka je mjerena u Laboratoriju za precizna mjerenja duljina, Zavod za kvalitetu. Uređaj na kojem su mjerenja provedena oznake je MU2-127, *slika 35*. Za mjerenja se koristi ticalo koje prelazi preko površine i time mjeri odstupanja na proizvoljno odabranim mjestima. Po završetku mjerenja svi se podaci statistički obrađuju te prikazuju u obliku dvodimenzionalnih (2D) ili trodimenzionalnih (3D) dijagrama.



Slika 35. Uređaj za mjerenje hrapavosti površine

6.4.1 Rezultati mjerenja hrapavosti

Parametri hrapavosti površine brušene SiC papirom znatosti 1200 prikazani su u *tablici 7*. Mjerna površina na kojoj su određeni parametri hrapavosti iznosila je $5,6 \text{ mm} \times 5,6 \text{ mm}$. Mjerenja su provedena uz 5 ponavljanja ($N=5$). Svi parametri statistički su obrađeni i iskazani u obliku srednje vrijednosti (\bar{X}) standardne devijacije (S) te maksimalne (MAX) i minimalne (MIN) vrijednosti.

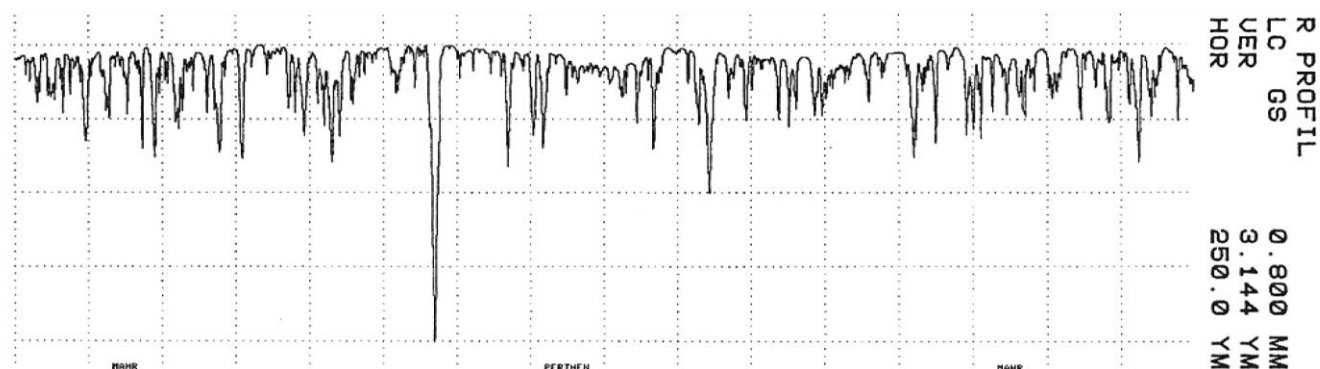
Za površinu brušenu papirom granulacije 1200 maksimalna visina neravnina (R_z) iznosi $7,26 \mu\text{m}$, a srednje aritmetičko odstupanje profila (R_a) $0,88 \mu\text{m}$.

Tablica 7. Rezultati mjerenja hrapavosti površine brušene SiC papirom zrnatosti 1200

<div>Mahr</div> <div>Perthen</div>		LABORATORIJ ZA PRECIZNA MJERENJA DUZINA		OBJEKT:UZORAK	
		FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE ZAGREB		NR.:2 NAME:HABEK	
LT	5.600 MM			MESS.-NR.: 5	
LM	4.000 MM			T2 RHT 6-50 50 14	
UB	62.50 YM				

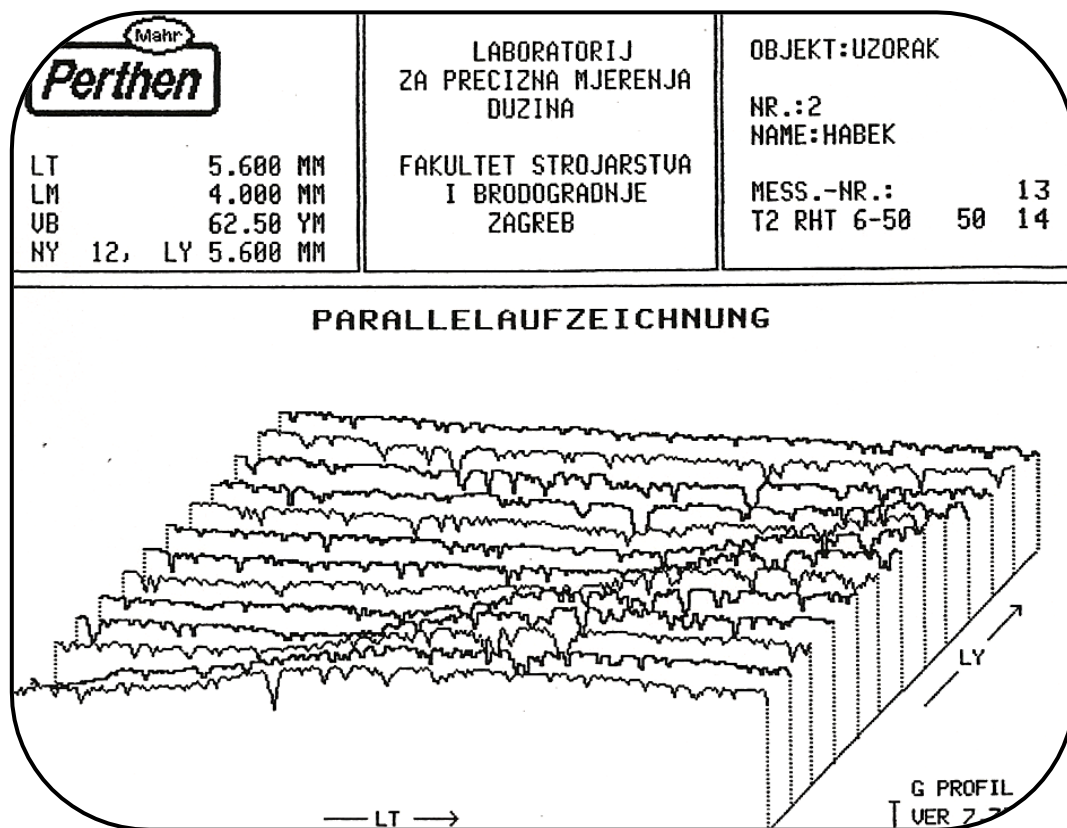
KENNWERT			STATISTIK N = 5						
	LC GS 0.800 MM		X	S	R	MAX	MIN	NN	TN
1	RMAX	YM	11.29	2.31	5.16	13.76	8.60		
2	RZ	YM	7.26	1.12	2.71	8.91	6.20		
3	RA	YM	0.88	0.13	0.29	1.03	0.74		
4	RP	YM	1.87	0.61	1.46	2.58	1.12		
5	RPM	YM	1.34	0.28	0.76	1.77	1.01		
6	WT	YM	3.42	1.53	3.54	4.86	1.31		
7	RT	YM	11.33	2.30	5.08	13.76	8.67		
8	PT	YM	13.07	1.15	2.75	14.54	11.80		

Na slici 36 predložen je dvodimenzionalni prikaz rezultata mjerenja. Simbol L_c na slici označava jediničnu duljinu koju ticalo prolazi iznosa 0,8 mm za sva mjerenja, dok se ukupna mjerna duljina L_m koja odgovara 4 mm dobiva tako da se horizontalni parametar (250 μ m) pomnoži s brojem podjela. Vertikalni pomak koji iznosi 3,144 μ m označava visinu kvadrata na slici.



Slika 36. 2D prikaz rezultata mjerenja hrapavosti površine brušene SiC papirom zrnatosti 1200

Trodimenzijski prikaz rezultata mjerenja predložen je slikom 37. Prikazani su tragovi 13 mjerenja na površini 5,6 mm × 5,6 mm.



Slika 37. 3D prikaz rezultata mjerenja hrapavosti površine brušene SiC papirom zrnatosti 1200

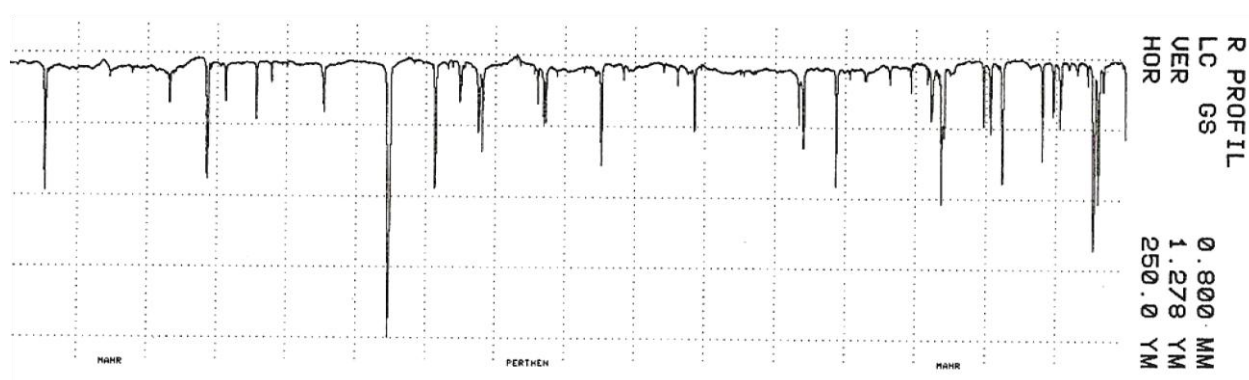
Tablica 8 sadrži rezultate mjerenja hrapavosti površine obrađene finijim brusnim papirom zrnatosti 4000. U ovom slučaju izmjerene vrijednosti parametara R_a i R_z su manje te redom iznose 0,2 μm (R_a) i 3,725 μm (R_z).

Tablica 8. Rezultati mjerenja hrapavosti površine brušene SiC papirom zrnatosti 4000

<div>Mahr</div> <div>Perthen</div>		LABORATORIJ ZA PRECIZNA MJERENJA DUZINA		OBJEKT:			
LT 5.600 MM		FAKULTET STROJARSTVA		NR.: 1			
LM 4.000 MM		I BRODOGRADNJE		NAME: HABEK			
UB 12.50 YM		ZAGREB		MESS.-NR.: 5			
				T2 RHT 6-50 50 3			

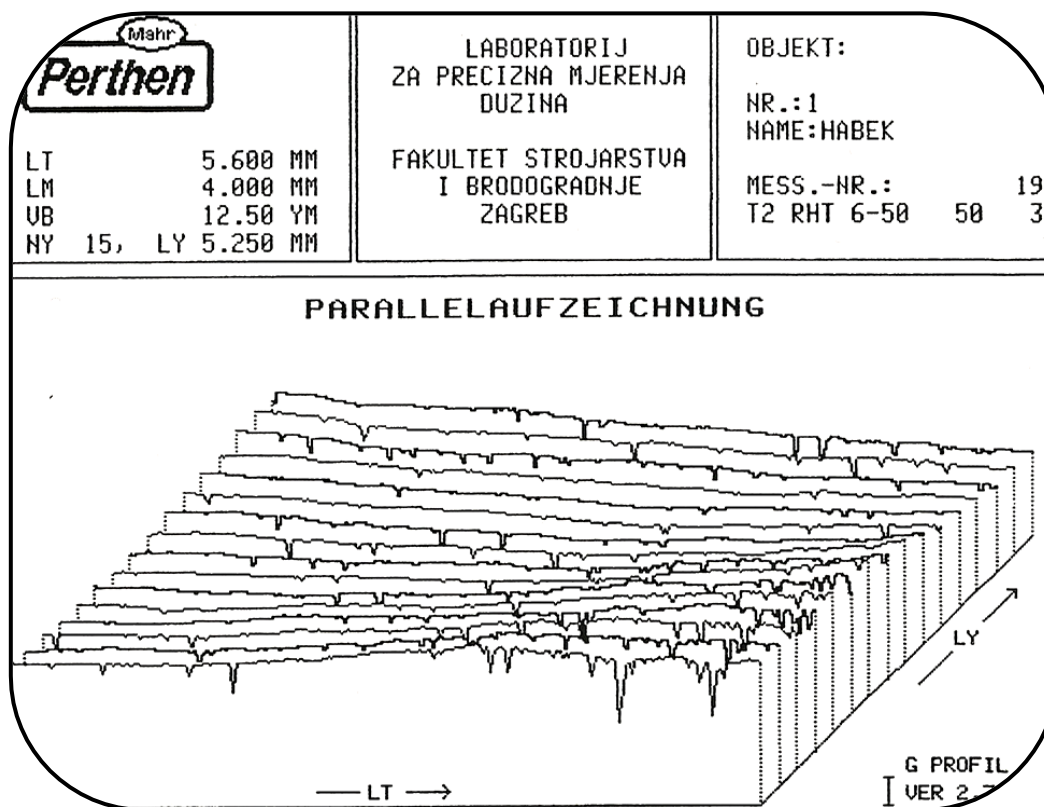
KENNWERT			STATISTIK N = 5						
	LC	GS 0.800 MM	X	S	R	MAX	MIN	NN	TN
1	RMAX	YM	7.837	4.841	12.71	15.61	2.898		
2	RZ	YM	3.725	1.141	2.918	5.484	2.566		
3	RA	YM	0.200	0.092	0.227	0.336	0.110		
4	RP	YM	0.626	0.459	1.127	1.376	0.249		
5	RPM	YM	0.300	0.134	0.340	0.502	0.162		
6	WT	YM	1.078	0.825	2.006	2.377	0.371		
7	RT	YM	7.859	4.821	12.67	15.61	2.940		
8	PT	YM	8.258	4.832	12.70	15.96	3.262		

Dvodimenzionalni prikaz rezultata za ovo stanje površine dan je na *slici 38*. Vertikalni pomak iznosi 1,278 μm , a horizontalni 250 μm .



Slika 38. 2D prikaz rezultata mjerenja hrapavosti površine brušene SiC papirom zrnatosti 4000

Slika 39 sadrži 3D prikaz rezultata mjerenja. Prikazano je 16 mjerenja na površini 5,6 mm × 5,25 mm.



Slika 39. 3D prikaz rezultata mjerenja hrapavosti površine brušene SiC papirom zrnatosti 4000

Vrijednosti parametara hrapavosti za površinu poliranu dijamantnom pastom veličine abraziva 15 µm prikazane su *tablicom 9*.

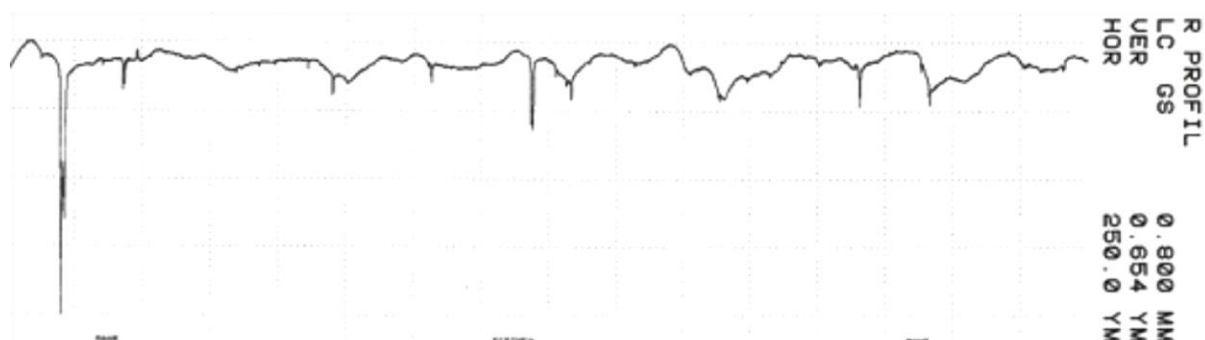
Tablica 9. Rezultati mjerenja hrapavosti površine polirane dijamantnom pastom

<div>Mahr</div> <div>Perthen</div>		LABORATORIJ ZA PRECIZNA MJERENJA DUZINA		OBJEKT:	
LT	5.600 MM	FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE ZAGREB		NR.:	
LM	4.000 MM			NAME:	
UB	12.50 YM			MESS.-NR.:	5
				T2 RHT 6-50	50 14

KENNWERT			STATISTIK N = 5						
	LC	GS 0.800 MM	X	S	R	MAX	MIN	NN	TN
1	RMAX	YM	5.220	4.150	10.01	12.48	2.465		
2	RZ	YM	2.604	1.824	4.645	5.624	0.980		
3	RA	YM	0.112	0.070	0.170	0.237	0.066		
4	RP	YM	0.377	0.195	0.379	0.589	0.210		
5	RPM	YM	0.231	0.108	0.259	0.415	0.156		
6	WT	YM	0.833	0.331	0.860	1.151	0.291		
7	RT	YM	5.244	4.150	10.03	12.49	2.465		
8	PT	YM	5.667	4.000	9.624	12.74	3.119		

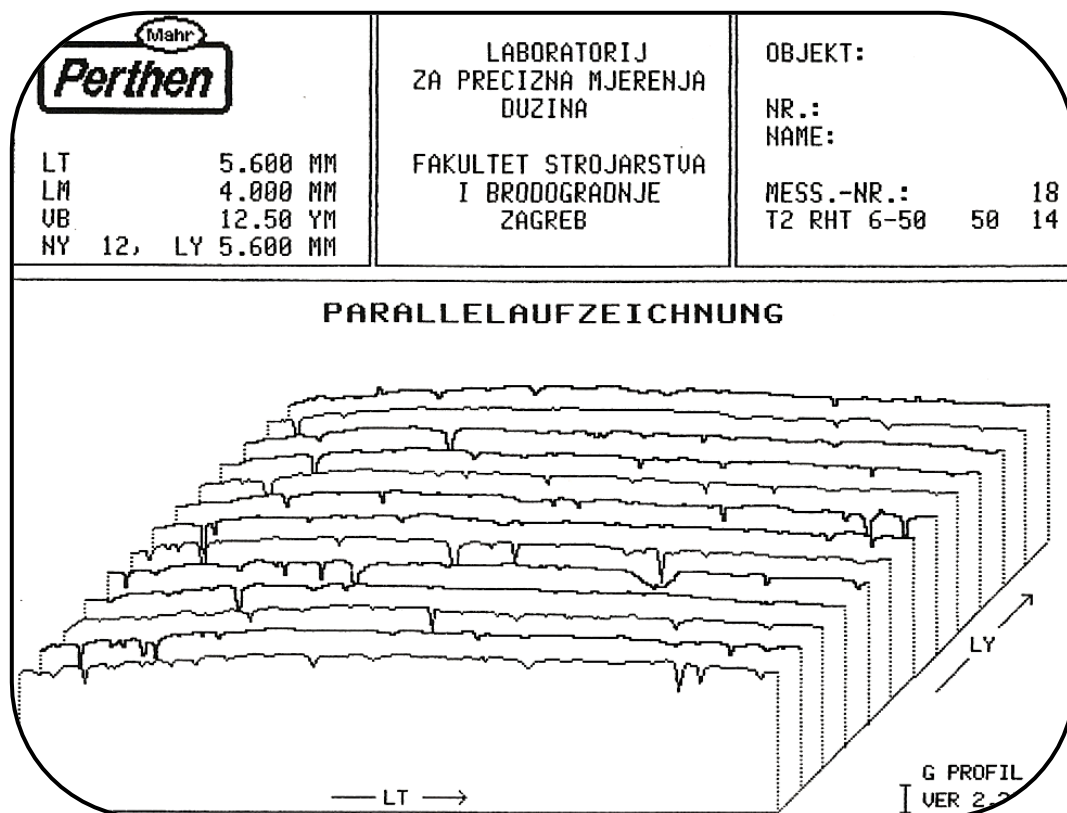
Veličina površine na kojoj su mjerenja obavljena iznosila je 5,6 mm × 5,6 mm. Za ovo stanje obrade parametar R_a iznosi 0,112 μm , dok je vrijednost R_z 2,604 μm . U poredbi s brušenim stanjima sada su vrijednosti parametara R_a i R_z značajno manje.

Na slici 40 prikazan je dvodimenzionalni prikaz rezultata mjerenja hrapavosti na poliranoj površini. Vertikalni pomak iznosi 0,654 μm , a horizontalni 250 μm . Ovaj dijagram zorno prikazuje značajno manju hrapavost nego za brušena stanja.



Slika 40. 2D prikaz rezultata mjerenja hrapavosti površine polirane dijamantnom pastom veličine abraziva 15 μm

Slika 41 sadrži 3D prikaz 13 mjerenja iz kojeg je jasno vidljivo da vrhova gotovo i nema te su većinom prisutne udubine (doline) što upućuje na fino obrađenu, poliranu površinu. I ova mjerenja provedena su na ispitnoj površini 5,6 mm × 5,6 mm.



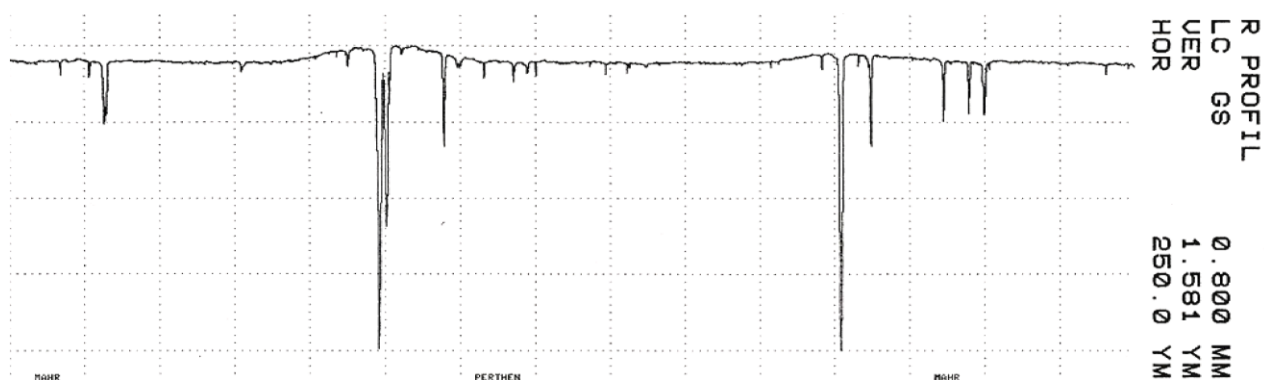
Slika 41. 3D prikaz rezultata mjerenja hrapavosti površine polirane dijamantnom pastom veličine abraziva 15 μm

Za najfinije pripremljenu površinu, poliranu dijamantnom pastom veličine abraziva 1 μm , maksimalna visina neravnina R_z iznosi 2,249 μm , a srednje aritmetičko odstupanje profila hrapavosti R_a iznosa je 0,066 μm , *tablica 10*.

Tablica 10. Rezultati mjerenja hrapavosti površine polirane dijamantnom pastom

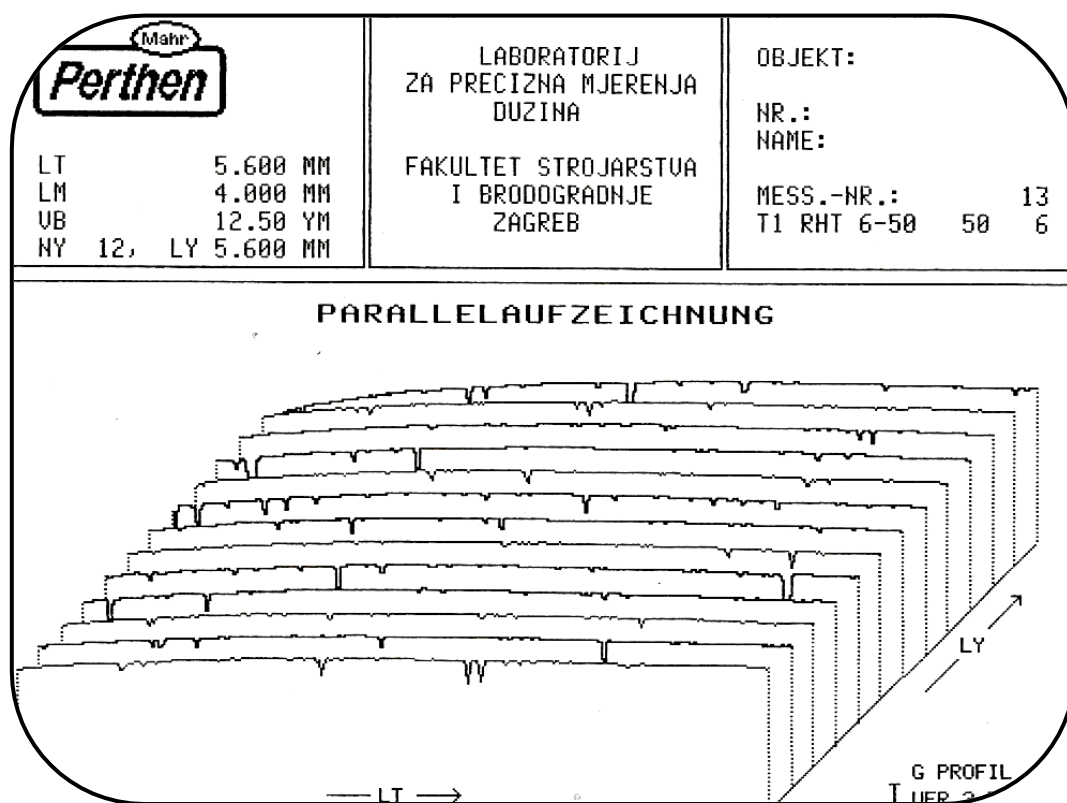
<div>Mahr</div> <div>Perthen</div>		LABORATORIJ ZA PRECIZNA MJERENJA DUZINA		OBJEKT:				
T	5.600 MM	FAKULTET STROJARSTVA		NR.:				
M	4.000 MM	I BRODOGRADNJE		NAME:				
B	12.50 YM	ZAGREB		MESS.-NR.: 5				
				T1 RHT 6-50 50 6				
KENNWERT		STATISTIK N = 5						
LC	GS 0.800 MM	X	S	R	MAX	MIN	NN	TN
RMAX	YM	3.712	2.226	5.079	6.277	1.199		
RZ	YM	2.249	1.336	2.854	3.453	0.599		
RA	YM	0.066	0.037	0.092	0.114	0.021		
RP	YM	0.180	0.109	0.283	0.352	0.069		
RPM	YM	0.117	0.068	0.175	0.229	0.054		
WT	YM	0.390	0.295	0.756	0.899	0.143		
RT	YM	3.730	2.236	5.103	6.322	1.219		
PT	YM	3.897	2.387	5.578	6.800	1.222		

Navedeni rezultati i dijagramski su prikazani na *slikama 42 i 43*. Kod 2D prikaza na *slici 42* vertikalni parametar iznosi 1,581 μm , dok horizontalni pomak ostaje nepromijenjen 250 μm .



**Slika 42. 2D prikaz rezultata mjerenja hrapavosti površine polirane dijamantnom pastom
veličine abraziva 1 μm**

Na slici 43 predložen je 3D model s 13 provedenih mjerenja. Slika jasno pokazuje da je hrapavost ovako pripremljene površine vrlo mala.



Slika 43. 3D prikaz rezultata mjerenja hrapavosti površine polirane dijamantnom pastom veličine abraziva 1 μm

6.4.2 Usporedba rezultata hrapavosti

Na površini brušenoj papirom zrnatosti 1200 izmjerena je najveća hrapavost dok je na površini poliranoj dijamantnom pastom veličine abraziva 1 μm hrapavost najniža što se moglo i očekivati. U tablici 11 dane su vrijednosti parametara hrapavosti R_a i R_z za sva četiri stanja pripreme površine.

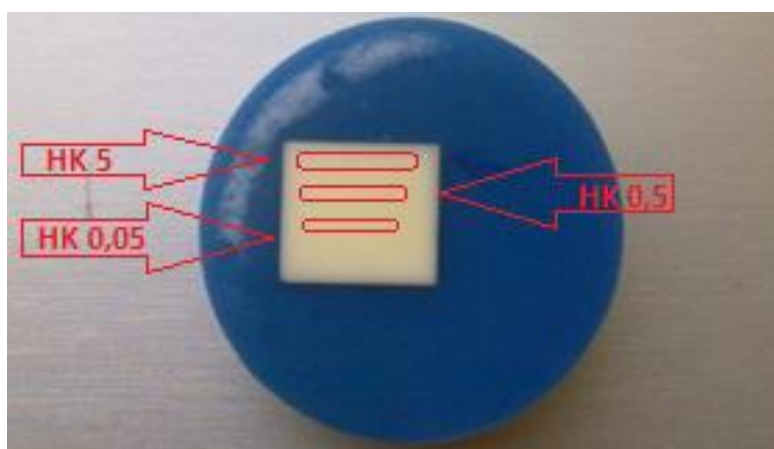
Tablica 11. Vrijednosti parametara R_a i R_z za četiri stanja površine

Vrsta obrade	Brušeno brusnim papirom zrnatosti 1200	Brušeno brusnim papirom zrnatosti 4000	Polirano dijamantnom pastom granulacije 15 μm	Polirano dijamantnom pastom granulacije 1 μm
R_a [μm]	0,880	0,200	0,112	0,066
R_z [μm]	7,260	3,725	2,604	2,249

6.5 Mjerenje tvrdoće

6.5.1 Ispitni uzorak

Sva mjerenja tvrdoće su provedena na uzorku aluminiij oksidne keramike (Al_2O_3). Uzorak pravokutnog oblika zaliven je u kalup duromernom masom kako bi se njime lakše rukovalo. Tvrdoća se mjerila Knoop-ovom metodom s tri različita opterećenja: 0,4903 N (HK 0,05), 4,903 N (HK 0,5) i 49,03 N (HK 5). Izgled uzorka s ucrtanim mjernim mjestima predložen je *slikom 44*.



Slika 44. Ispitni uzorak s mjernim mjestima

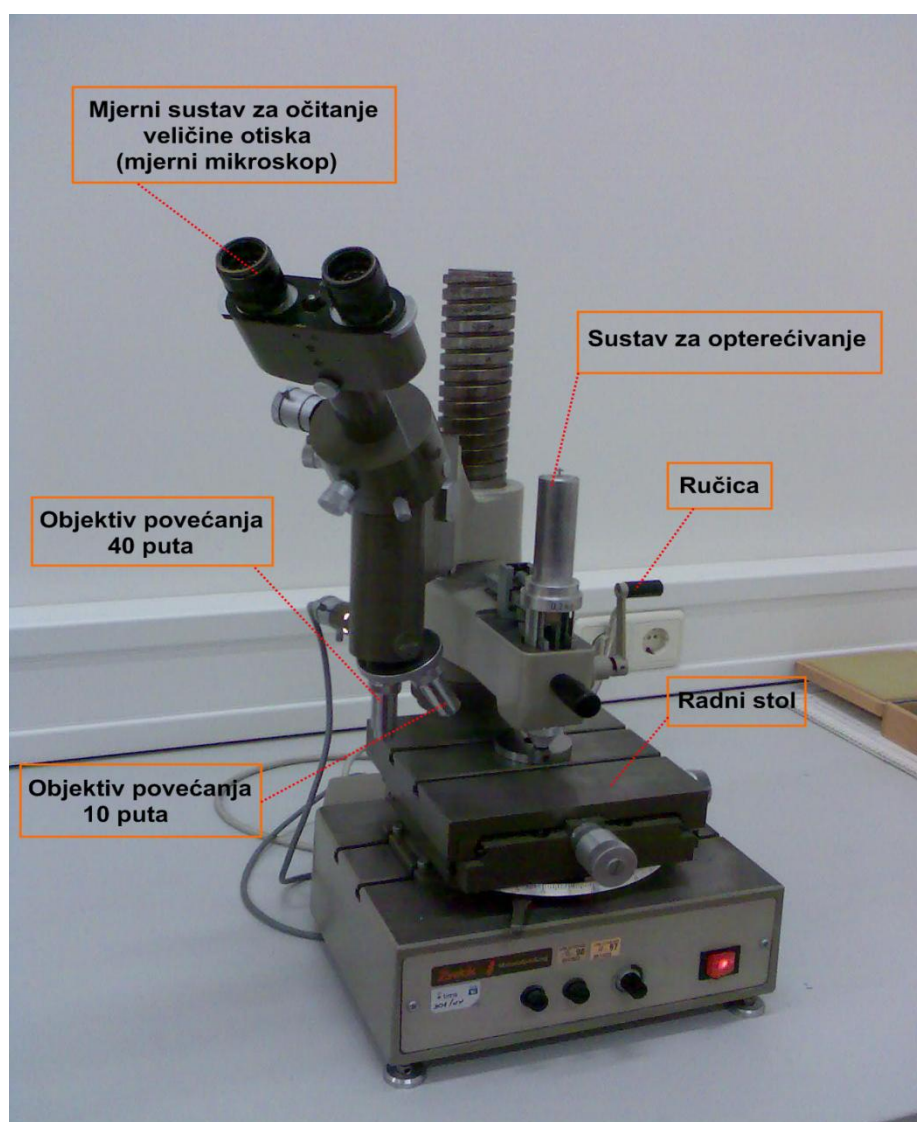
6.5.2 Mjerni uređaj

Za potrebe mjerenja tvrdoće korišten je tvrdomjer proizvođača Zwick, čije su osnovne karakteristike prikazane *tablicom 12*. Na ovom tvrdomjeru moguće je mjeriti mikrotvrdoću uporabom vrlo malih opterećenja, ali i makrotvrdoću pod djelovanjem većih opterećenja utiskivanja indentera.

Tablica 12. Osnovne karakteristike tvrdomjera

Proizvođač	Zwick (Njemečka)
Tip	3212001
Serijski broj	115696
Metoda mjerenja	Analogna
Masa	oko 50 kg
Dimenzije	600 x 400 x 350
Vrijeme utiskivanja	0...10 s
Maksimalna visina mjernog uzorka	300 mm
Opterećenja	od 0,09807 N (0,01 kp) do 98,067 N (10 kp)
Povećanja	100x / 400x

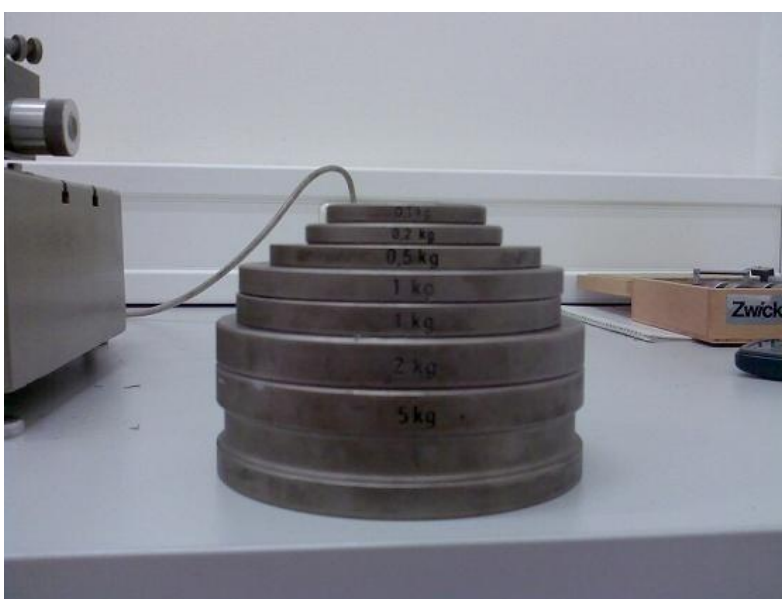
Na slici 45 prikazan je tvrdomjer s osnovnim dijelovima.



Slika 45. Tvrdomjer Zwick

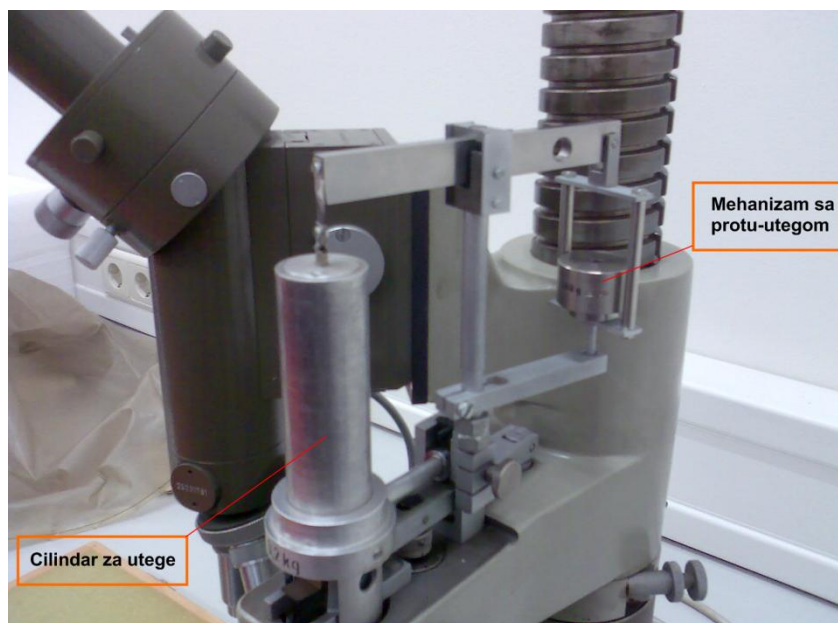
Radni stol služi za prihvat ispitnog uzorka. Sadrži dva utora pomoću kojih se uzorak, prema potrebi, može učvrstiti. Mikrometarskim vijcima omogućeno je pomicanje radnog stola u x i y smjeru. Osim toga moguće je i zakretanje radnog stola za određeni kut.

Sustav za opterećivanje je direktnog tipa što znači da se sila ostvaruje pomoću niza utega poznatih masa. Opterećenja koja se postižu kombinacijom utega različitih masa mogu varirati od 0,09807 N (0,01 kp) do 98,067 N (10 kp). *Slika 46* prikazuje utege za mjerenje semi-mikrotvrdoće i makrotvrdoće. Za potrebe mjerenja ovi se utezi postavljaju na cilindar koji je povezan s ručicom za opterećivanje. Masa samog cilindra zajedno s indenterom iznosi 200 grama tako da je na ovaj način moguće ostvariti opterećenja veća ili jednaka od 1,961 N.



Slika 46. Utezi za opterećivanje

Ukoliko su potrebne manje sile utiskivanja indentora na tvrdomjer je potrebno postaviti polužni mehanizam u obliku vage (*slika 47*) koji sadrži protu-uteg kako bi se djelomično poništilo osnovno opterećenje koje iznosi 1,961 N odnosno 0,2 kp.



Slika 47. Prikaz polužnog mehanizma u obliku vage

Optički mjerni mikroskop koji se nalazi u sklopu tvrdomjera služi za povećanje otiska i mjerenje dijagonala otiska. Za tu svrhu na raspolaganju je okular povećanja 10 puta i dva objektivna povećanja 10 i 40 puta. Time ukupno povećanje mjernog mikroskopa iznosi 100 odnosno 400 puta.

Mjerni mikroskop i sustav za opterećivanje čine jednu cjelinu povezanu u stup koji se može okomito pozicionirati ovisno o veličini uzorka, ali i zakretati lijevo/desno čime je omogućeno utiskivanje indentora u ispitni uzorak te mjerenje veličine otiska.

Princip mjerenja na ovom tvrdomjeru je sljedeći :

- utezi odgovarajućih masa postavljaju se na cilindar ili polužnu vagu sustava za opterećivanje;
- laganim spuštanjem ručice za opterećivanje indentor se utiskuje u ispitivani materijal; Polaganim otpuštanjem izbjegavaju se nagli udari utiskivača u površinu uzorka, što može štetno utjecati na točnost mjerenja.;
- nakon utiskivanja sustav za opterećenje se pomiče u desno kako bi na njegovo mjesto došao mjerni mikroskop;
- pomoću mjernog mikroskopa, uporabom odgovarajućeg povećanja, pronalazi se otisak;
- donji vrh otiska postavlja se na jednu od nepokretnih linija mjerne skale;
- linija koja je najbliža gornjem vrhu otiska i leži sa njegove donje strane okretanjem mikrometarskog vijka dovodi se na sam vrh;

- nakon toga se očitava broj punih polja koje otisak zahvaća te vrijednost na mjernoj skali dobivena okretanjem mikrometarskog vijka te se na osnovi ovih dviju vrijednosti, uzimajući u obzir povećanje, računa veličina dijagonale;
- računsko ili tablično određivanje tvrdoće na temelju izmjerene dijagonale i primijenjene sile utiskivanja.

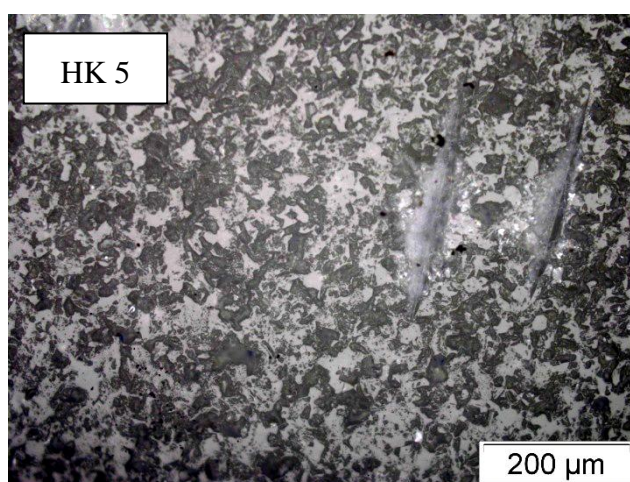
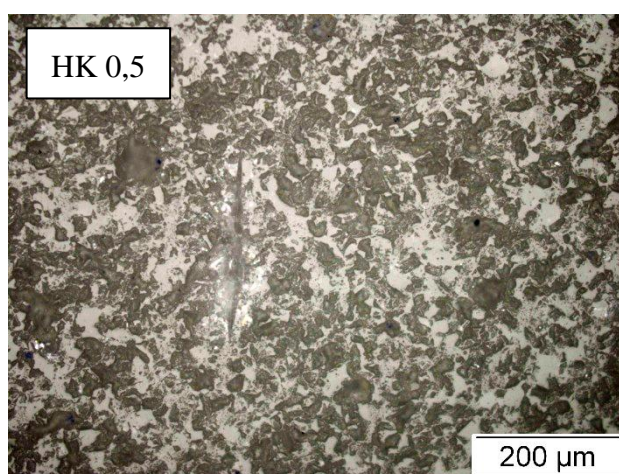
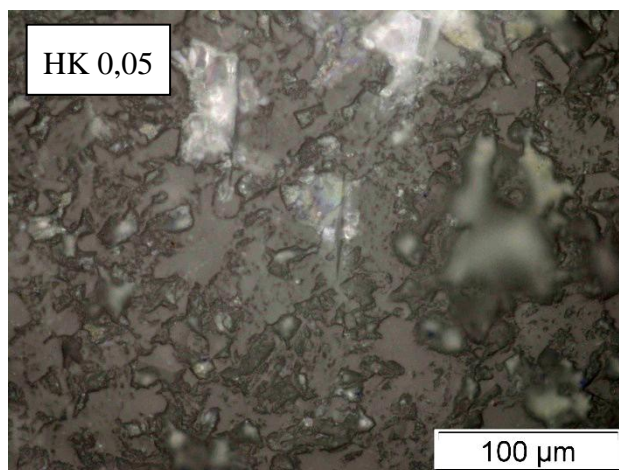
6.5.3 Rezultati mjerenja

U tablicama 13 do 16 navedeni su pojedinačni rezultati mjerenja tvrdoće Al_2O_3 keramike Knoopovom metodom. Tvrdoća je ispitana za četiri različita stanja površine, dva brušena i dva polirana. Brušena stanja su dobivena obradom brusnim papirom znatosti 1200 i 4000, a polirana su ostvarena pomoću dijamantne paste veličine abraziva $15\text{ }\mu\text{m}$ i $1\text{ }\mu\text{m}$. Za svako stanje površine tvrdoća je mjerena uporabom tri različita opterećenja: 0,4903 N (0,05 kp), 4,903 N (0,5 kp) i 49,03 N (5 kp) s time da je za svaku silu utiskivanja napravljeno po 20 otisaka.

Tablica 13. Rezultati mjerenja tvrdoće na površini brušenoj SiC papirom zrnatosti 1200

Redni br. mjerenja		HK 0,05	HK 0,5	HK 5	Redni br. mjerenja		HK 0,05	HK 0,5	HK 5
1	d [mm]	0,024	0,0715	0,278	11	d [mm]	0,0237	0,0725	0,28
	HK	1235	1392	921		HK	1267	1354	908
2	d [mm]	0,0219	0,0705	0,302	12	d [mm]	0,0237	0,065	0,282
	HK	1483	1432	780		HK	1267	1684	895
3	d [mm]	0,0216	0,075	0,316	13	d [mm]	0,0242	0,064	0,28
	HK	1525	1265	713		HK	1215	1737	907
4	d [mm]	0,022	0,07	0,314	14	d [mm]	0,0207	0,0725	0,26
	HK	1470	1452	722		HK	1661	1354	1053
5	d [mm]	0,0205	0,0725	0,311	15	d [mm]	0,0215	0,075	0,262
	HK	1694	1354	736		HK	1539	1265	1073
6	d [mm]	0,021	0,075	0,322	16	d [mm]	0,02	0,075	0,282
	HK	1614	1265	686		HK	1779	1265	895
7	d [mm]	0,024	0,071	0,274	17	d [mm]	0,0205	0,0705	0,268
	HK	1235	1412	948		HK	1694	1432	991
8	d [mm]	0,021	0,069	0,291	18	d [mm]	0,021	0,066	0,27
	HK	1614	1495	840		HK	1614	1634	976
9	d [mm]	0,0205	0,073	0,272	19	d [mm]	0,0195	0,062	0,282
	HK	1694	1335	962		HK	1872	1851	895
10	d [mm]	0,023	0,068	0,274	20	d [mm]	0,0207	0,065	0,314
	HK	1345	1539	948		HK	1661	1685	722
					<i>Srednja vrijednost</i>	d [mm]	0,0217	0,0701	0,2867
						HK	1524	1460	879

Na slici 48 prikazani su otisci Knoopovog indentora na površini brušenoj papirom granulacije 1200 za ispitne metode: HK 0,05, HK 0,5 i HK 5. Vidljivo je da se otisci protežu preko velikog broja pora koje su rezultat loma brojnih kristalnih zrna na površini uslijed djelovanja SiC abraziva.



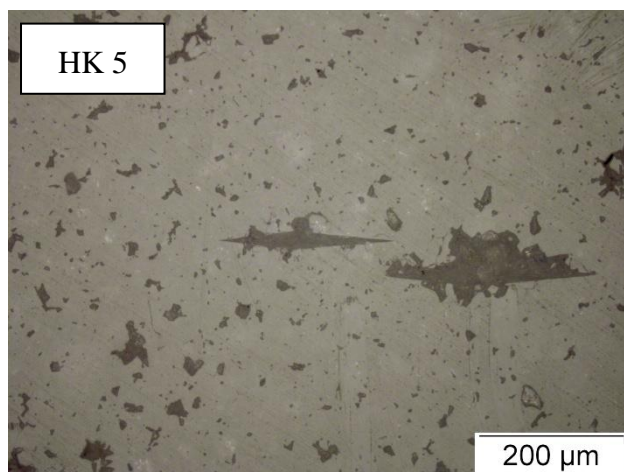
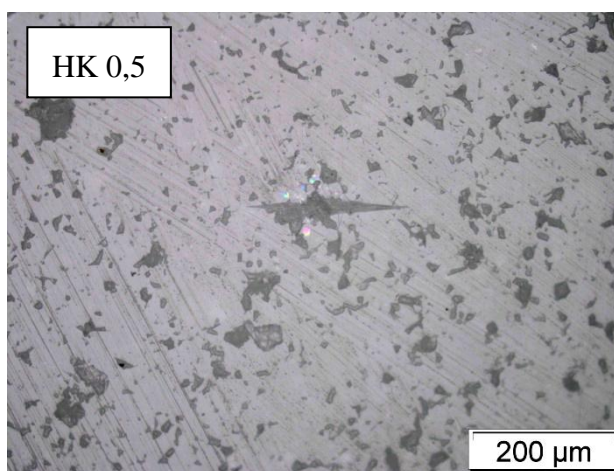
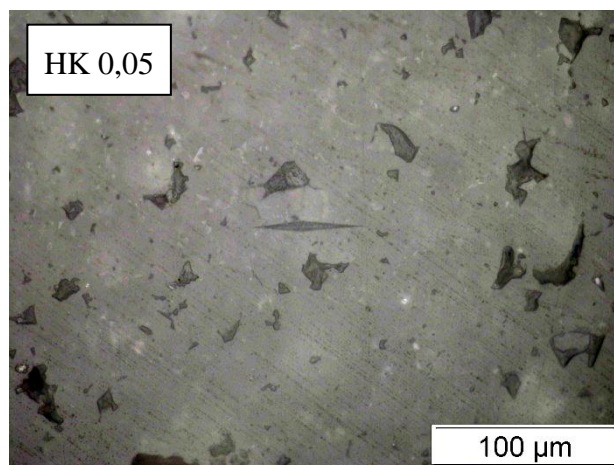
Slika 48. Otisci Knoopovog indentora na površini brušenj SiC papirom zrnatosti 1200

Rezultati mjerenja tvrdoće Al_2O_3 keramike nakon brušenja papirom granulacije 4000 prikazani su u tablici 14.

Tablica 14. Rezultati mjerenja tvrdoće na površini brušenoj SiC papirom zrnatosti 4000

Redni br. mjerjenja		HK 0,05	HK 0,5	HK 5
1	d [mm]	0,0205	0,066	0,2495
	HK	1693	1633	1142
2	d [mm]	0,0215	0,069	0,242
	HK	1539	1494	1214
3	d [mm]	0,0245	0,0655	0,2375
	HK	1185	1658	1261
4	d [mm]	0,025	0,0688	0,239
	HK	1138	1503	1245
5	d [mm]	0,0205	0,0715	0,2425
	HK	1693	1391	1209
6	d [mm]	0,022	0,0688	0,248
	HK	1470	1503	1156
7	d [mm]	0,0205	0,0688	0,2375
	HK	1693	1503	1261
8	d [mm]	0,02	0,0658	0,2475
	HK	1779	1604	1161
9	d [mm]	0,0225	0,0683	0,245
	HK	1405	1525	1185
10	d [mm]	0,0205	0,0693	0,2495
	HK	1693	1481	1142
Srednja vrijednost	d [mm]	0,0213	0,0677	0,2439
	HK	1585	1554	1198

Slika 49 prikazuje otiske Knoopove piramide na površini brušenoj brusnim papirom zrnatosti 4000. Iako je površina kvalitetnije pripremljena udjel pora još je uvijek velik tako da otisci i dalje zahvaćaju određen broj pora, posebno kada je riječ o većim opterećenjima.



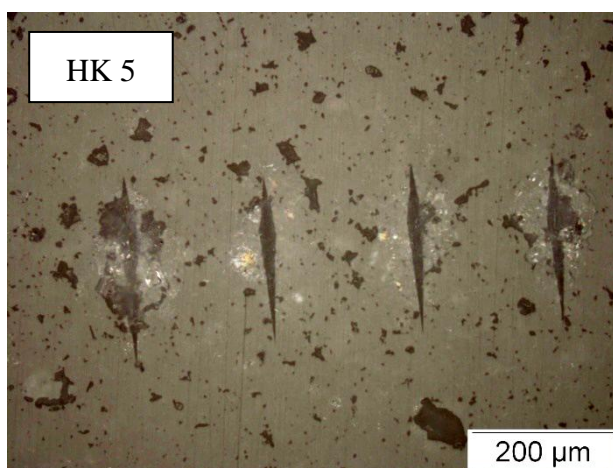
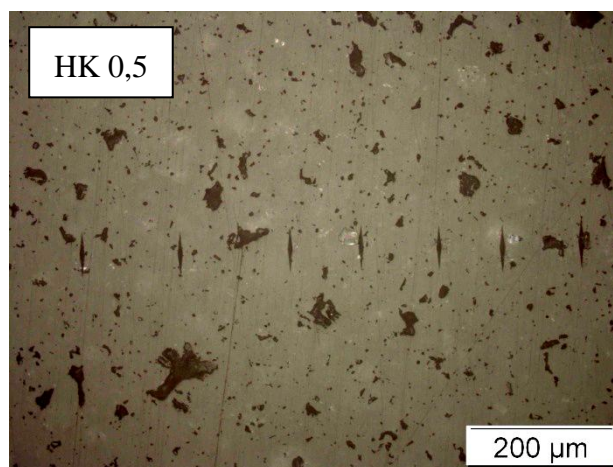
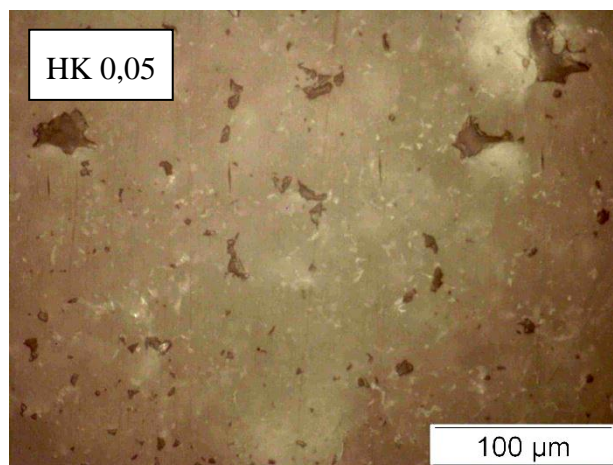
Slika 49. Otisci Knoopovog indentora na površini brušenoj SiC papirom zrnatosti 4000

Tablica 15 sadrži rezultate mjerenja tvrdoće na poliranoj površini obrađenoj dijamantnom pastom veličine zrna 15 µm.

Tablica 15. Rezultati mjerenja tvrdoće na površini poliranoj dijamantnom pastom veličine abraziva 15 µm

Redni br. mjerjenja		HK 0,05	HK 0,5	HK 5
1	d [mm]	0,021	0,0625	0,24
	HK	1613	1822	1236
2	d [mm]	0,0207	0,0625	0,236
	HK	1661	1822	1278
3	d [mm]	0,0197	0,0712	0,239
	HK	1834	1404	1246
4	d [mm]	0,02	0,0685	0,24
	HK	1779	1517	1236
5	d [mm]	0,019	0,0625	0,259
	HK	1971	1822	1061
6	d [mm]	0,0177	0,0642	0,253
	HK	2259	1727	1112
7	d [mm]	0,0205	0,066	0,244
	HK	1694	1634	1195
8	d [mm]	0,0192	0,0635	0,2388
	HK	1931	1765	1248
9	d [mm]	0,0197	0,0667	0,2354
	HK	1834	1600	1284
10	d [mm]	0,0211	0,0635	0,245
	HK	1598	1765	1186
Srednja vrijednost	d [mm]	0,0196	0,0654	0,2406
	HK	1874	1672	1232

Na slici 50 prikazani su otisci Knoopovog indentora na površini poliranoj pastom veličine abraziva 15 µm.



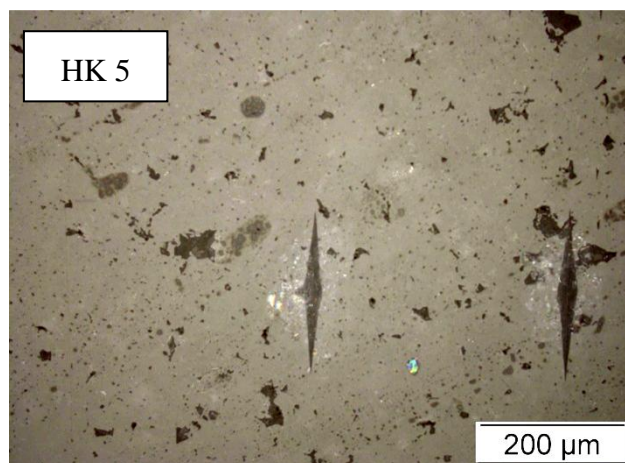
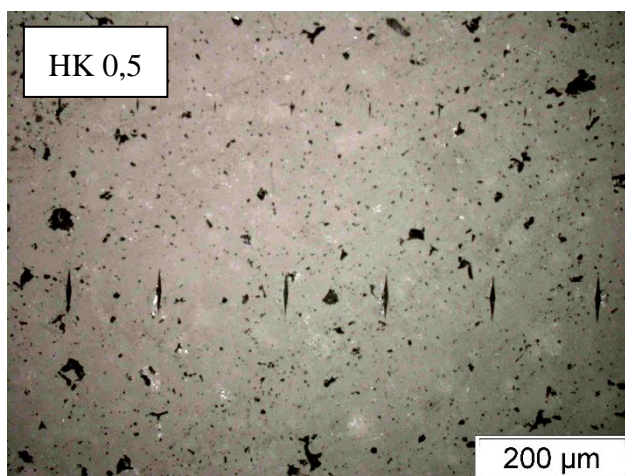
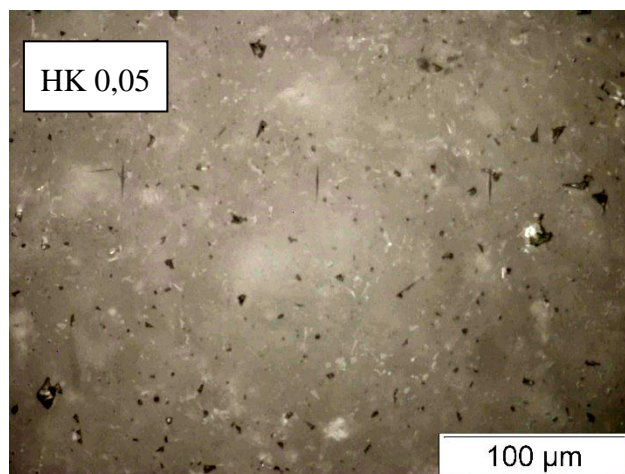
***Slika 50. Otisci Knoopovog indentora na površini poliranoj dijamantnom pastom
veličine abraziva 15 µm***

U zadnjoj tablici br. 16 predočene su vrijednosti tvrdoća izmjerene na fino poliranoj površini obrađenoj dijamantnom pastom veličine zrna 1 µm.

Tablica 16. Rezultati mjerenja tvrdoće na površini poliranoj dijamantnom pastom veličine abraziva 1 μm

Redni br. mjerjenja		HK 0,05	HK 0,5	HK 5	Redni br. mjerjenja		HK 0,05	HK 0,5	HK 5
1	d [mm]	0,018	0,0665	0,2346	11	d [mm]	0,019	0,0655	0,252
	HK	2196	1609	1239		HK	1971	1659	1403
2	d [mm]	0,0205	0,0665	0,2306	12	d [mm]	0,0197	0,0647	0,221
	HK	1694	1609	1338		HK	1833	1700	1457
3	d [mm]	0,0207	0,0637	0,236	13	d [mm]	0,0178	0,0616	0,23
	HK	1660	1754	1278		HK	2246	1875	1345
4	d [mm]	0,0212	0,0667	0,242	14	d [mm]	0,0175	0,0645	0,244
	HK	1584	1600	1215		HK	2323	1710	1195
5	d [mm]	0,0195	0,063	0,225	15	d [mm]	0,0187	0,065	0,228
	HK	1871	1793	1406		HK	2035	1684	1369
6	d [mm]	0,0195	0,0633	0,233	16	d [mm]	0,019	0,0629	0,241
	HK	1872	1776	1311		HK	1972	1799	1225
7	d [mm]	0,0205	0,0622	0,2384	17	d [mm]	0,018	0,0665	0,23
	HK	1694	1840	1252		HK	2196	1609	1345
8	d [mm]	0,0178	0,0652	0,2364	18	d [mm]	0,0205	0,0625	0,2312
	HK	2246	1674	1274		HK	1694	1822	1331
9	d [mm]	0,0205	0,0641	0,222	19	d [mm]	0,0201	0,0612	0,2264
	HK	1694	1732	1444		HK	1761	1900	1389
10	d [mm]	0,0207	0,0654	0,2286	20	d [mm]	0,0177	0,0623	0,234
	HK	1661	1664	1362		HK	2272	1834	1300
					Srednja vrijednost	d [mm]	0,0193	0,0641	0,2332
						HK	1923	1732	1324

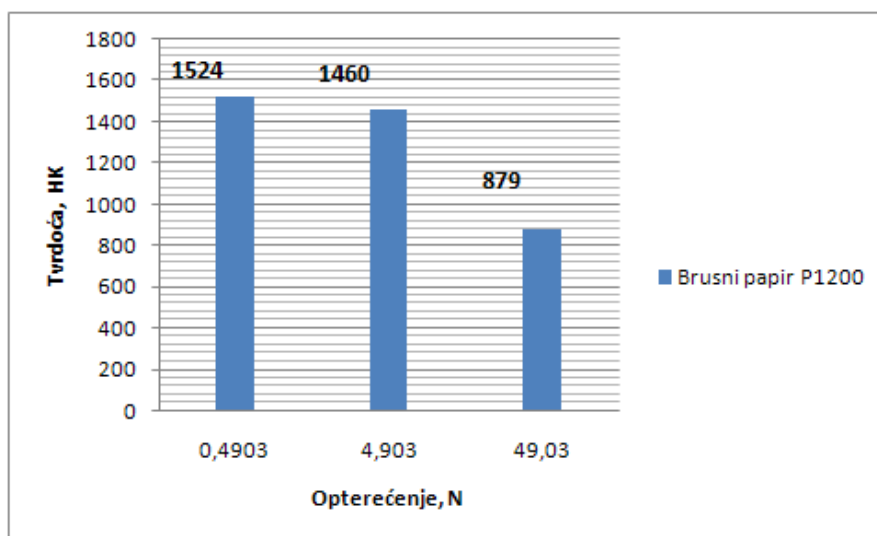
Za površinu poliranu dijamantnom pastom veličine abraziva 1 μm na *slici 51* predloženi su otisci Knoopove piramide nastali primjenom različitih sila utiskivanja. Uočljiv je značajno manji broj pora što se odrazilo na točnije i kvalitetnije mjerenje tvrdoće. Dobiveni otisci su vrlo jasni i pravilnog oblika tako da je njihove dimenzije moguće odrediti s visokom točnošću.



*Slika 51. Otisci Knoopovog indentora na površini poliranoj dijamantnom pastom
veličine abraziva 1 μm*

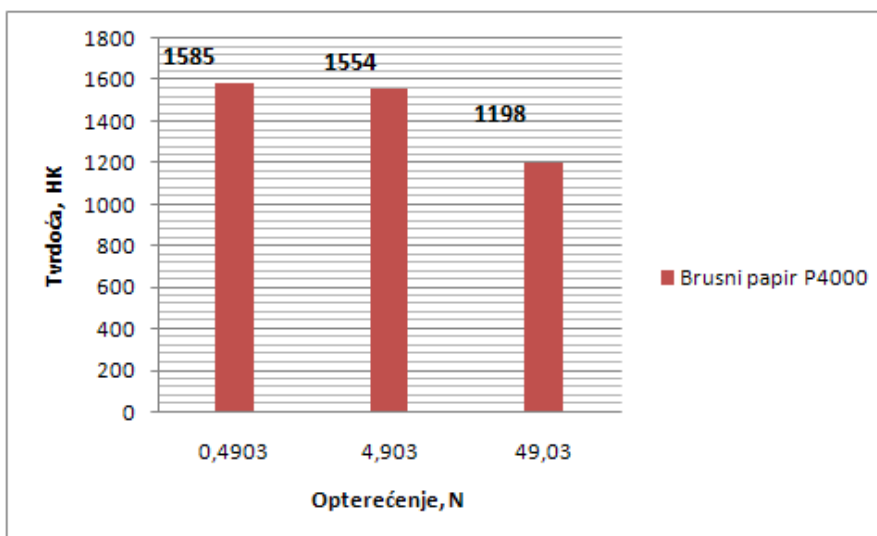
7. Analiza dobivenih rezultata

Nakon provedenih ispitivanja provedena je analiza rezultata mjerenja tvrdoće s time da su oni razmatrani s obzirom na hrapavost površine i veličinu sile utiskivanja. Na slikama 52, 53, 54 i 55 prikazane su srednje vrijednosti tvrdoća za određena stanja površine izmjerene s opterećenjima 0,4903 N (HK 0,05), 4,903 N (HK 0,5) i 49,03 N (HK 5). Na površini brušenoj papirom zrnatosti 1200 tvrdoće za metode HK 0,05, HK 0,5 i HK 5 redom iznose 1524, 1460 i 879 HK, slika 52.



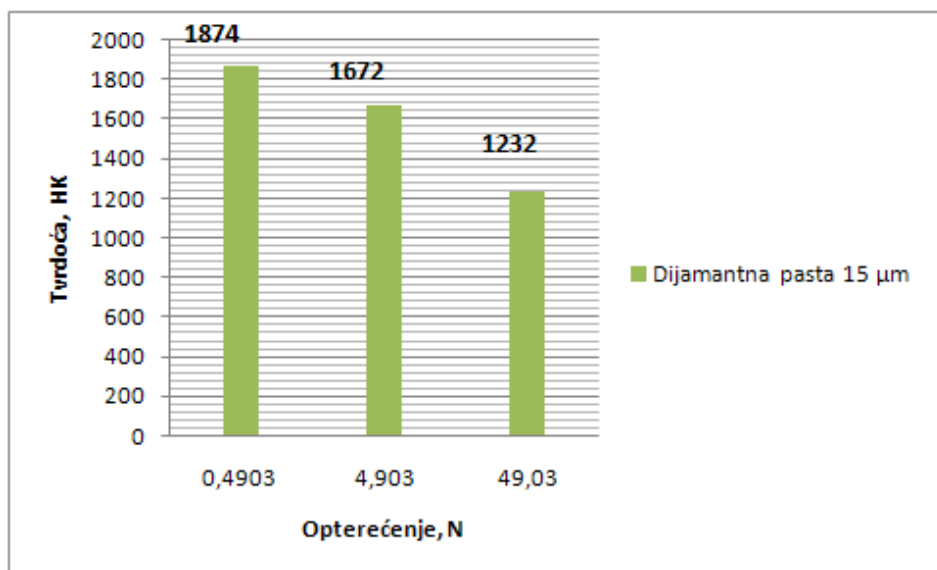
Slika 52. Dijagramski prikaz Knoopove tvrdoće na površini brušenoj SiC papirom zrnatosti 1200

Na slici 53 predložene su srednje tvrdoće izmjerene s opterećenjima 0,4903 N, 4,903 N i 49,03 N nakon brušenja površine finijim brusnim papirom veće granulacije brusnog zrna.

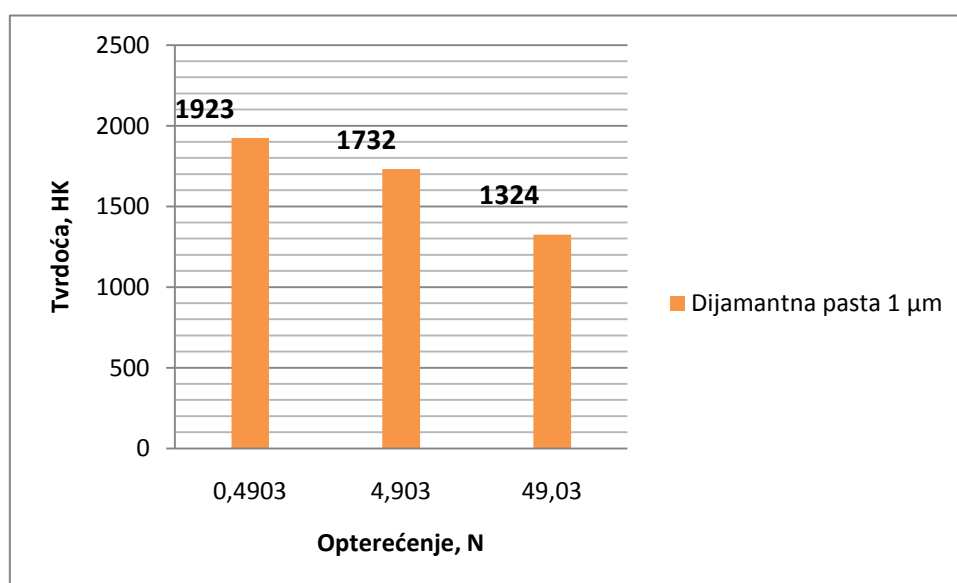


Slika 53. Dijagramski prikaz Knoopove tvrdoće na površini brušenoj SiC papirom zrnatosti 4000

Srednje vrijednosti tvrdoća na poliranoj površini obrađenoj dijamantnom pastom 15 μm prikazuje *slika 54*, a one izmjerene na površini poliranoj pastom 1 μm ilustrirane su *slikom 55*.



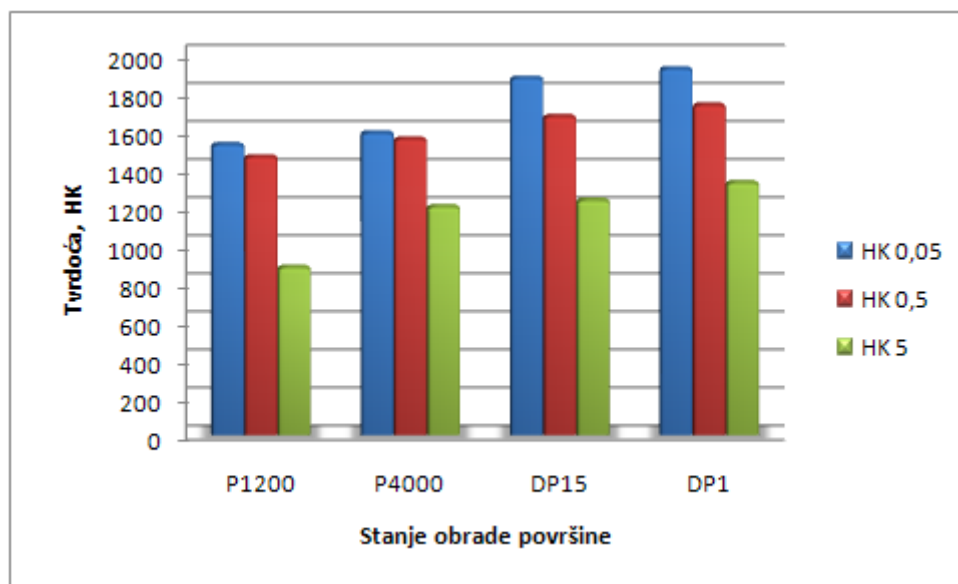
Slika 54. Dijagramski prikaz Knoopove tvrdoće na površini poliranoj dijamantnom pastom veličine abraziva 15 μm



Slika 55. Dijagramski prikaz Knoopove tvrdoće na površini poliranoj dijamantnom pastom veličine abraziva 1 μm

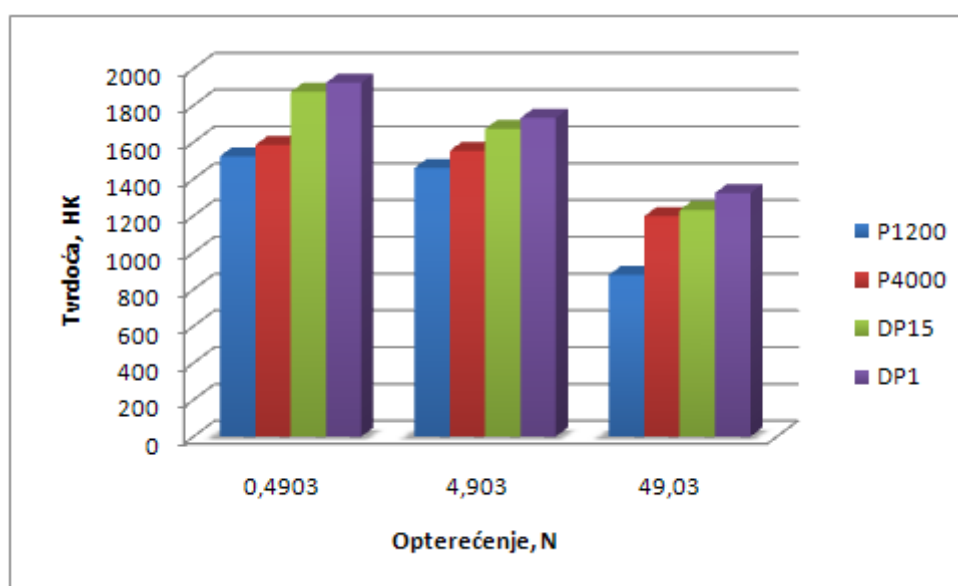
Za najfinije pripremljenu površinu, poliranu dijamantnom pastom veličine abraziva 1 μm , vrijednosti srednjih tvrdoća iznose: 1923 HK 0,05, 1732 HK 0,5 i 1324 HK 5. U odnosu na površinu brušenu papirom granulacije 1200 ove su tvrdoće veće za 26,1 % (HK 0,05), 18,6 % (HK 0,5) odnosno čak 50,6 % kada je riječ o metodi HK 5.

Na slici 56 dan je zbirni prikaz srednjih vrijednosti Knoopovih tvrdoća za različita stanja površine i tri ispitna opterećenja. Oznake P1200 i P4000 odnose se na površinu uzorka brušenu papirom znatosti 1200 i 4000, dok oznake DP15 i DP 1 označuju stanje površine nakon tretiranja dijamantnim pastama veličine abraziva 15 i 1 μm . Za sva stanja površine vrijednosti tvrdoća se smanjuje primjenom većih sila utiskivanja indentora.



Slika 56. Ovisnost Knoopove tvrdoće o stanju obrade površine

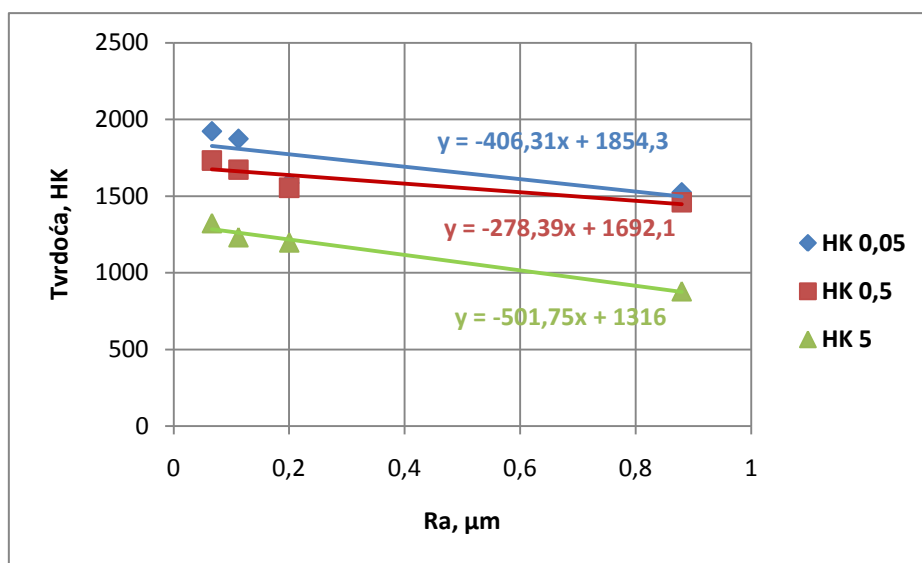
Slika 57 prikazuje Knoopove tvrdoće izmjerene s opterećenjima 0,4903 N (0,05 kp), 4,903 N (0,5 kp) i 49,03 N (5 kp) na različito pripremljenoj površini uzorka.



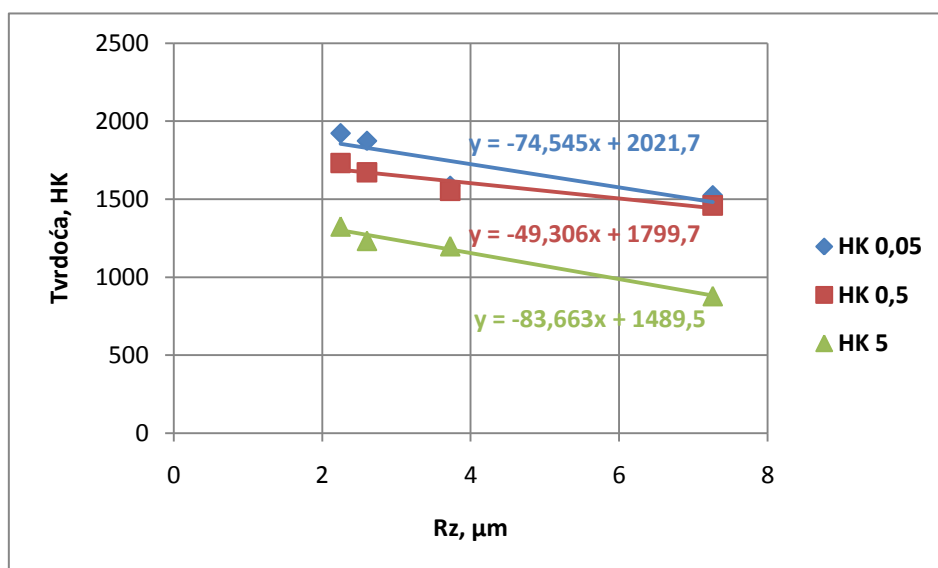
Slika 57. Ovisnost Knoopove tvrdoće o veličini ispitnog opterećenja

Za svako od primijenjenih opterećenja vrijednosti tvrdoće su najniže kada se radi o brušenoj površini obrađenoj papirom 1200. Nešto veće tvrdoće se dobivaju nakon brušenja papirom granulacije 4000, još veće nakon poliranja dijamantnom pastom veličine abraziva 15 μm , a najviše tvrdoće su zabilježene nakon poliranja pastom 1 μm .

Slike 58 i 59 predložavaju promjenu Knoopove tvrdoće ovisno o parametrima hrapavosti R_a i R_z . Jasno je vidljivo da vrijednosti izmjerenih tvrdoća opadaju povećanjem parametara R_a i R_z . Ovakvi rezultati posljedica su lakšeg prodiranja indentora u hrapaviju površinu čime se dobiva veći otisak koji daje nižu tvrdoću.



Slika 58. Ovisnost Knoopove tvrdoće o parametru hrapavosti R_a

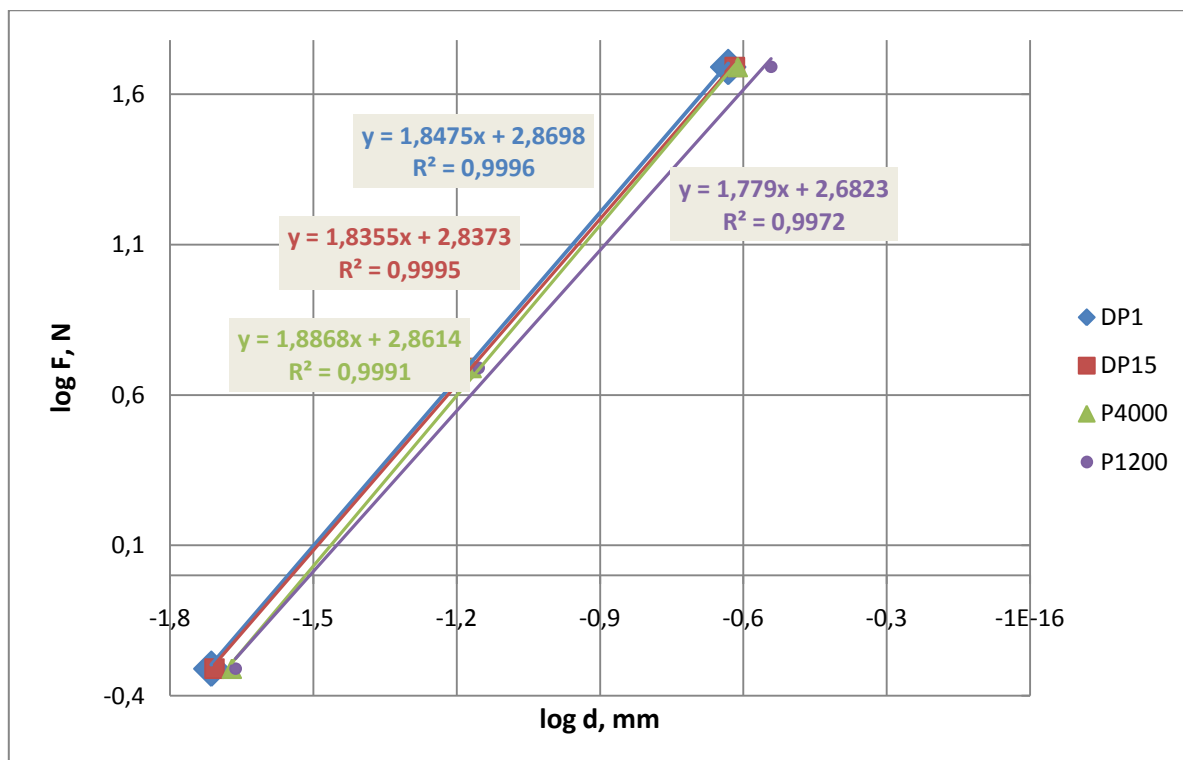


Slika 59. Ovisnost Knoopove tvrdoće o parametru hrapavosti R_z

Na sljedećim slikama prikazani su dijagrami koji opisuju ovisnost između primijenjenog opterećenja (F) i veličine otiska (d). Jedan od najpoznatijih modela koji se koristi za prikazivanje eksperimentalnih podataka mjerenja tvrdoće keramičkih materijala je Meyerov zakon:

$$F = k \cdot d^n.$$

gdje je k konstanta materijala, a n Meyerov indeks. Koeficijent n koji predstavlja mjeru utjecaja opterećenja na tvrdoću slijedi iz logaritamskog prikaza ovisnosti sile o dijagonali, *slika 60*. Nagib pravca predstavlja Meyerov indeks n , a odsječak na osi ordinata predstavlja $\log k$.



Slika 60. Grafički prikaz ovisnosti $\log F$ o $\log d$ prema Meyerovom zakonu

Dobivene linearne ovisnosti i vrijednosti faktora korelacije R^2 ukazuju da je Meyerov model prikladan za opisivanje utjecaja opterećenja na tvrdoću Al_2O_3 keramike za sva ispitivana stanja površine. Vrijednosti parametara k i n , određene linearnom regresijskom analizom, gotovo su identične kada je riječ o obradi poliranjem odnosno brušenjem papirom granulacije 4000. Za ova stanja obrade vrijednosti parametara su sljedeće:

- $\log k = 2,8$ do $2,9$;
- $n = 1,8$ do $1,9$.

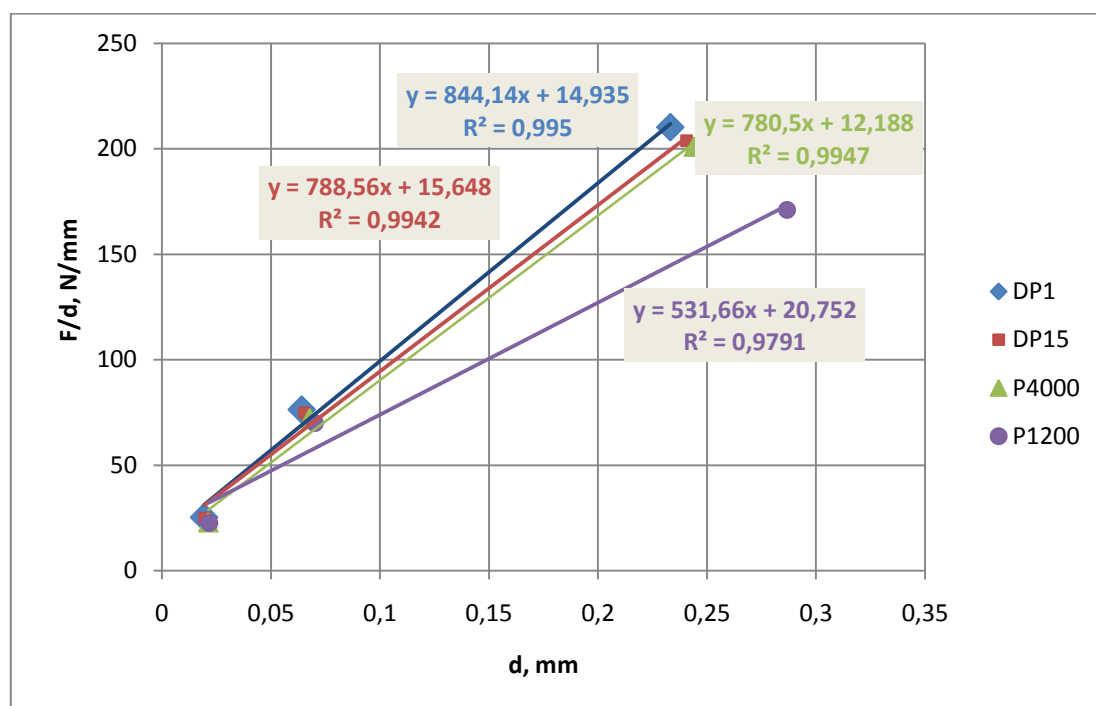
Nešto drugačija linearna ovisnost zabilježena je za najgrublju površinu tretiranu brusnim papirom granulacije 1200. Međutim, i ovdje su vrijednosti parametara $\log k$ i n vrlo blizu onima za ostala stanja.

Za sva četiri stanja površine dobivene vrijednosti Meyerovog indeksa n manje su od 2, što ukazuje da primijenjeno opterećenje utječe na tvrdoću.

U opisivanju utjecaja opterećenja na tvrdoću primjenjuje se i model otpornosti razmjernan svojstvima uzorka (*slika 61*) koji u transformiranom obliku glasi:

$$F/d = a_1 + a_2 \cdot d.$$

Parametri a_1 i a_2 jesu koeficijenti vezani uz prividnu odnosno stvarnu tvrdoću. Ovi se parametri mogu ocijeniti iz linearne regresijske analize odnosa F/d i d gdje a_2 predstavlja nagib pravca, a a_1 odsječak pravca na ordinati. Za površinu poliranu dijamantnim pastama odnosno brušenu papirom 4000 vrijednosti parametara a_1 i a_2 vrlo su bliske i kreću se u rasponu od 12,2 do 15,6 za parametar a_1 odnosno 780 do 844 za a_2 . U slučaju površine brušene papirom 1200 pravac koji opisuje linearnu ovisnost odnosa F/d i d je nešto položeniji tako da parametar a_2 iznosi 532, dok je parametar a_1 20,8.



Slika 61. Grafički prikaz ovisnosti F/d o d prema modelu otpornosti razmjernom svojstvima uzorka

Izračunate vrijednosti koeficijenta korelacije R^2 ukazuje na to da je i ovaj model prikladan za opisivanje utjecaja opterećenja na tvrdoću aluminij oksidne keramike.

Treći model koji se koristi u svrhu kvantitativnog određivanja ovisnosti primijenjenog opterećenja i veličine otiska je modificirani model otpornosti razmjernan svojstvima uzorka:

$$F = F_0 + a_1 \cdot d + a_2 \cdot d^2.$$

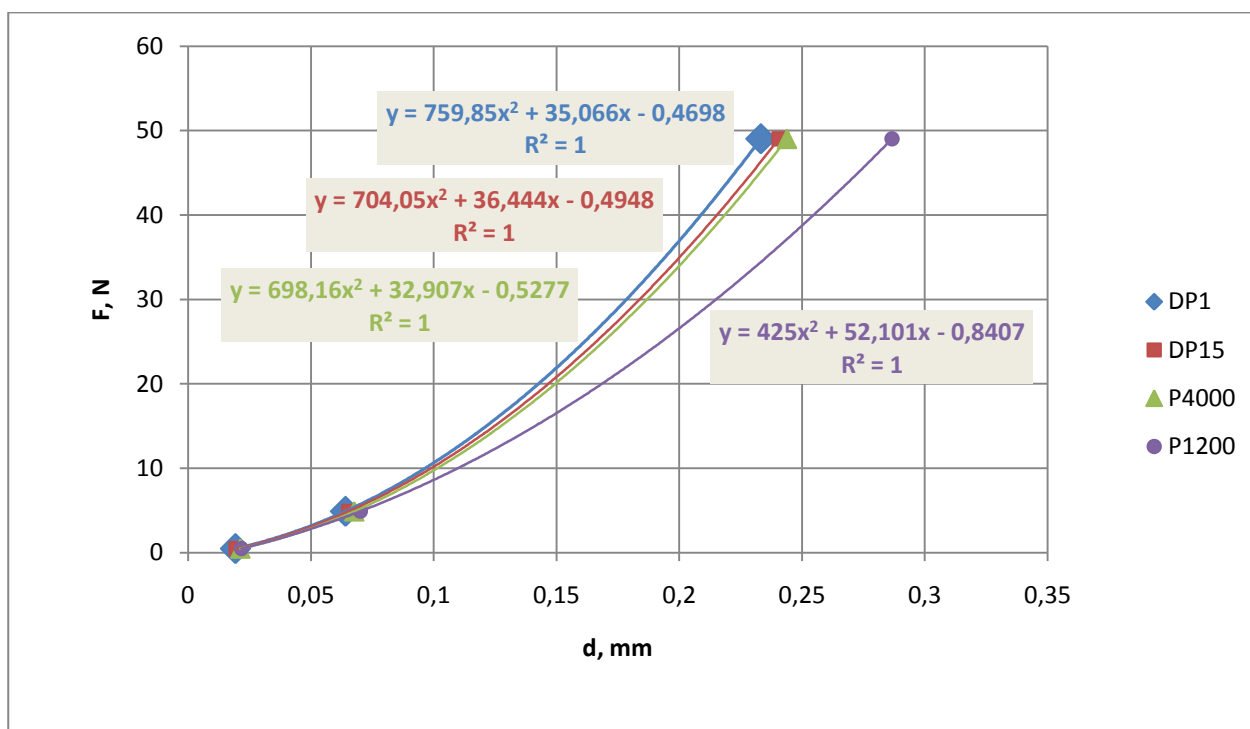
gdje je F_0 konstanta koja se odnosi na zaostala površinska naprezanja dok su a_1 i a_2 koeficijenti vezani uz prividnu tvrdoću (elastičnost) odnosno stvarnu tvrdoću (plastičnost).

Na slici 62 prikazana je grafička ovisnost odnosa sile (F) i dijagonale otiska (d) za aluminij oksidnu keramiku različite kvalitete ispitne površine. Vrijednosti parametara F_0 , a_1 i a_2 dobivene su na osnovi polinomnih krivulja drugog stupnja. Njihove vrijednosti, za poliranu i fino brušenu površinu, iznose:

- $F_0 = -0,47$ do $-0,53$;
- $a_1 = 32,9$ do $36,4$;
- $a_2 = 698$ do 760 ,

dok u slučaju grubo brušene površine obrađene brusnim papirom 1200 vrijednosti ovih parametara su slijedeće:

- $F_0 = -0,84$;
- $a_1 = 52,1$;
- $a_2 = 425$.



Slika 62. Grafički prikaz ovisnosti F o d prema modificiranom modelu otpornosti razmjernom svojstvima uzorka

Dobiveni koeficijenti korelacije R^2 ukazuju na to da je i ovaj modificirani model otpornosti razmjeran svojstvima uzorka također prikladan za opisivanje utjecaja opterećenja na tvrdoću Al_2O_3 keramike.

8. Zaključak

Na temelju provedenih ispitivanja može se zaključiti slijedeće:

- ✓ Vrijednosti Knoopove tvrdoće značajno variraju s obzirom na stanje hrapavosti ispitne površine. Za sve tri ispitne metode vrijednosti tvrdoće padaju porastom parametara hrapavosti R_a i R_z . Tvrdoće izmjerene na brušenoj površini su niže nego one dobivene na poliranoj površini. Najniže tvrdoće zabilježene su u slučaju obrade površine brusnim papirom granulacije 1200, a najviše kod polirane površine završno obrađene dijamantnom pastom veličine abraziva 1 μm . Niže tvrdoće na brušenoj površini posljedica su lakšeg prodiranja indentora u jednu hrapaviju, izbrazdanu površinu čime se dobiva veći otisak i time naravno manja tvrdoća. Kod fino polirane i stoga glake površine situacija je obrnuta jer indenter pod djelovanjem određene sile utiskivanja ostavlja u takvom “kompaktnom” materijalu manji otisak što implicira višu tvrdoću.
- ✓ Postupak keramografske pripreme Al_2O_3 keramike izrazito je važan kod mjerenja tvrdoće, posebice kada je riječ o Knoopovoj metodi. Zbog male dubine prodiranja Knoopovog indentora osobitu pažnju je potrebno posvetiti pravilnoj pripremi uzorka. Uzorak nije dovoljno izbrusiti brusnim papirom, već se on nakon brušenja mora obraditi dijamantnim pastama sve do završnog stadija koji uključuje fino poliranje. Površina uzorka nakon poliranja mora biti ravna i glatka, bez prisutnosti oksida i stranih tvari te u potpunosti odmašćena. Fina završna obrada omogućuje točno određivanje veličine dijagonale otiska i time valjano mjerenje tvrdoće. Pripremu uzorka treba provesti na takav način da se izbjegne bilo kakvo površinsko otvrdnjavanje uslijed zagrijavanja ili hladnog deformiranja. Osobito je nepovoljna obrada površine SiC papirom zrnatosti 1200 kada dolazi do krhkog loma velikog broja kristalnih zrna na površini što uvjetuje pojavu brojnih pora i time onemogućava mjerenje.
- ✓ Vrijednosti Knoopove tvrdoće smanjuju se porastom sile utiskivanja indentora. Stoga su najviše tvrdoće zabilježene kod metode HK 0,05, a najniže za metodu HK 5.
- ✓ U svrhu kvantitativnog određivanja utjecaja opterećenja na tvrdoću aluminij oksidne keramike mogu se primijeniti sva tri modela korištena u ovom radu:
 - Meyerov zakon,
 - model otpornosti razmjernan svojstvima uzorka,
 - modificirani model otpornosti razmjernan svojstvima uzorka.

9. LITERATURA:

- [1] Tomislav Filetin, Franjo Kovačićek i Janez Indof: Svojstva i primjena materijala
- [2] <http://practicalmaintenance.net/wp-content/uploads/Bloomery.jpg>
- [3] <http://www.depauw.edu/acad/art/faculty/dherroldweb/pages/histp3.htm>
- [4] <http://www.p-wholesale.com/upimg/19/733a1/ceramic-ball-bearing-626.jpg>
- [5] Jasna Vešligaj, Ivana Vučinac, Doc .dr. sc. Marko Jakovac: Laboratorijski postupci u izradi potpuno keramičkog rada od aluminijoksidne keramike
- [6] <http://htmlimg4.scribdassets.com/9c24y4rte39y9ds/images/10-8bc6204580/000.jpg>
- [7] http://www.fsb.hr/elemstroj/pdf/design/2007/hrapavost_tehnickih_povrsina.pdf
- [8] Čurković, L. : Prezentacija Keramika, beton i drvo I. dio, Zagreb, 2008./2009
- [9] Vinko Banožić, Odrađivanje tvrdoće Knoopovom metodom uz različita opterećenja, Završni rad
- [10] Kolemen, U.: Analysis of ISE in microhardness measurements of bulk MgB₂ superconductors using different models, *J. Alloys Compd.* 425, 429-435 (2006).
- [11] Sahin, O.; Uzun, O.; Kolemen, U.; Ucar, N.: Vickers microindentation hardness studies of -Sn single crystal, *Mater. Characterization*, 58, 197-204 (2007).
- [12] Alar T.: Analiza utjecajnih faktora na mjernu nesigurnost etalonskog tvrdomjera, Doktorska disertacija, Zagreb, 2008
- [13] <http://www.twi.co.uk/twiimages/jk74f3.gif>
- [14] Državni zavod za mjeriteljstvo: Metalni materijali, Ispitivanje tvrdoće prema Vickersu, Narodne novine, Zagreb, 2000
- [15] http://www.vorax.hr/dokumenti/hr/mjer_tvr_hr.html
- [16] http://www.instron.us/wa/applications/test_types/hardness/knoop.aspx
- [17] <http://bama.ua.edu/~mwear/courses/MechBeh/M02a.pdf>
- [18] L. Čurković, M. Lalić, S. Šolić: Analysis of indention size effect on hardness od almunia ceramics using different models
- [19] L. Čurković, V. Rede, P. Panjan, M. Fudurić Jelača i M. Lalić: Mikrostruktura toplinski nagrižene aluminij oksidne keramike
- [20] http://www.fsb.hr/atlantis/upload/newsboard/17_06_2008__9070_DOKTORAT_Alar.pdf
- [21] Nino Grgić: Korozijska stabilnost zubne keramike
- [22] http://www.kemet-met.co.uk/_downloads/ZHV10-HardnessTester.pdf